

Aus der
Poliklinik für Kieferorthopädie
der Ludwig-Maximilians-Universität München
Direktorin: Prof. Dr. Andrea Wichelhaus

**Wärmebehandlung von superelastischen Nickel-Titan-Drähten
die zur Formveränderung führt**

Dissertation
zum Erwerb des Doktorgrades der Zahnmedizin
an der Medizinischen Fakultät der
Ludwig-Maximilians-Universität zu München

vorgelegt von
Amelie Mehnert
aus
München

2018

**Mit der Genehmigung der Medizinischen Fakultät
der Universität München**

Berichterstatlerin:	Prof. Dr. med. dent. Andrea Wichelhaus
Mitberichterstatter:	Prof. Dr. Karl-Heinz Kunzelmann Prof. Dr. Daniel Edelhoff Prof. Dr. Gabriele Kaeppler
Mitbetreuung durch den promovierten Mitarbeiter:	Dr.-Ing. Matthias Mertmann
Dekan:	Prof. Dr. med. dent. Reinhard Hickel
Tag der mündlichen Prüfung:	27.11.2018

Eidesstattliche Versicherung

Ich, Amelie Mehnert, erkläre hiermit an Eides statt,
dass ich die vorliegende Dissertation mit dem Thema

Wärmebehandlung von superelastischen Nickel-Titan-Drähten die zur Formveränderung führt

selbständig verfasst, mich außer der angegebenen keiner weiteren Hilfsmittel bedient und alle Erkenntnisse, die aus dem Schrifttum ganz oder annähernd übernommen sind, als solche kenntlich gemacht und nach ihrer Herkunft unter Bezeichnung der Fundstelle einzeln nachgewiesen habe.

Ich erkläre des Weiteren, dass die hier vorgelegte Dissertation nicht in gleicher oder in ähnlicher Form bei einer anderen Stelle zur Erlangung eines akademischen Grades eingereicht wurde.

München, den 27.11.2018

Amelie Mehnert

Inhaltsverzeichnis

INHALTSVERZEICHNIS	IV
ABBILDUNGSVERZEICHNIS	VI
TABELLENVERZEICHNIS	VIII
ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS	IX
1. EINLEITUNG UND LITERATURÜBERSICHT	1
1.1 FORMEN DES FORMGEDÄCHTNISSES	3
1.1.1 Formgedächtniseffekte.....	4
1.1.2 Superelastizität	6
1.2 HERSTELLUNGSVERFAHREN DER NiTi-FORMGEDÄCHTNISLEGIERUNGEN.....	9
1.3 EINFLÜSSE AUF DIE MATERIALEIGENSCHAFTEN	10
1.3.1 Einflüsse der chemischen Zusammensetzung	10
1.3.2 Einflüsse der thermomechanischen Behandlung	12
1.4 BIOKOMPATIBILITÄT DER NiTi-LEGIERUNGEN.....	14
1.5 ANWENDUNGSBEISPIELE DER NiTi-LEGIERUNGEN.....	15
1.5.1 Anwendung in der Medizin.....	15
1.5.2 Anwendung in der Zahnmedizin.....	17
1.5.3 Anwendung in der Kieferorthopädie	19
2. PROBLEMSTELLUNG UND ZIELSETZUNG	22
2.1 FORMPROGRAMMIERUNG DER NiTi-FGL DURCH TEMPERATURBEHANDLUNG	22
2.2 PROBLEMSTELLUNG	23
2.3 ZIELSETZUNG	24
3. MATERIAL UND METHODIK	25
3.1 PROBENÜBERSICHT	25
3.2 HERSTELLUNG DER PROBEN.....	26
3.3 HEIZEN MIT DEM DENTALKERAMIKOFEN AUSTROMAT D4 VON DEKEMA	26
3.4 OPTISCHES SCANNEN UND QUANTIFIZIERUNG DER FORM MIT IMAGE J	29
3.5 BESTIMMUNG DER DRAHTDIMENSION	30
3.6 DREI-PUNKT-BIEGEVERSUCH ZUR BESTIMMUNG DES KRAFT-VERFORMUNGSVERHALTENS	33
3.7 DATENAUSWERTUNG	35
3.8 STATISTIK	40

4. ERGEBNISSE	41
4.1 ERGEBNISSE DER WINKELMESSUNG	41
4.1.1 Drähte von American Orthodontics	42
4.1.2 Drähte von Dentaureum	43
4.1.3 Drähte von Forestadent	46
4.1.4 Drähte von GAC	49
4.1.5 Drähte vonOrmco	51
4.1.6 Drähte von RMO	52
4.1.7 Drähte von 3M Unitek	54
4.2 ERGEBNISSE DES 3-PUNKT-BIEGEVERSUCHS	56
4.2.1 Drähte von American Orthodontics	57
4.2.2 Drähte von Dentaureum	58
4.2.3 Drähte von Forestadent	61
4.2.4 Drähte von GAC	64
4.2.5 Drähte vonOrmco	66
4.2.6 Drähte von RMO	67
4.2.7 Drähte von 3M Unitek	69
4.3 ERGEBNISSE DES LICHTBANDMIKROMETERS	71
5. DISKUSSION	72
5.1 METHODENKRITIK	72
5.2 ERGEBNISDISKUSSION	75
5.2.1 Diskussion der Messungen der Bogendimension	75
5.2.2 Diskussion des Winkelversuchs	76
5.2.3 Diskussion des Biegeversuchs	79
5.3 AUSBLICK	83
6. ZUSAMMENFASSUNG	85
7. LITERATURVERZEICHNIS	87
8. DANKSAGUNG	91
9. LEBENSLAUF	92

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Hysterese und Umwandlungstemperaturen (modifiziert nach Gümpel und Gläser 2004).	3
Abbildung 2: Darstellung des Einweg-Effekts (modifiziert nach Gümpel und Gläser 2004; Tautzenberger 1988).	5
Abbildung 3: Darstellung des Zweiweg-Effekts (modifiziert nach Tautzenberger 1988).	6
Abbildung 4: Belastungs- und Entlastungskurve (modifiziert nach Gümpel und Gläser 2004).	7
Abbildung 5: Spannungs-Dehnungskurven einer NiTi-Legierung (As ca. 0°C) bei unterschiedlichen Prüftemperaturen (modifiziert nach Stöckel 1988).	8
Abbildung 6: Abhängigkeit der M_s -Temperatur vom Nickelgehalt (modifiziert nach Frenzel et al. 2010).	11
Abbildung 7: TTT-Diagramm für eine superelastische NiTi-Legierung (modifiziert nach Pelton et al. 2000).	13
Abbildung 8: Messingblock mit gefräster U-Nut für die Drahtformgebung.	26
Abbildung 9: Keramik Pressofen Austromat D4 von DEKEMA.	27
Abbildung 10: Winkelmessung des Drahtes mittels Image J	29
Abbildung 11: Belastung einer rechteckigen Probe im Schwerpunkt (Richard und Sander 2008).	31
Abbildung 12: Darstellung des verwendeten LED Lichtbandmikrometers.	31
Abbildung 13: Schematische Darstellung des Schattenwurfprinzips.	32
Abbildung 14: Installation des 3-Punkt-Biegeversuchs.	34
Abbildung 15: Positionierung einer Probe auf den Auflagern des 3-Punkt-Biegeversuchsaufbaus.	35
Abbildung 16: Schematische Darstellung des Außenwinkels.	36
Abbildung 17: Drei Probezyklen eines Drahtes im Kraft-Weg-Diagramm mit $F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm).	37
Abbildung 18: Drei Probezyklen eines plastisch verformten Drahtes im Kraft-Weg-Diagramm mit $F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm).	38
Abbildung 19: AO-NiTi, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	42
Abbildung 20: Dent-ETA, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	43
Abbildung 21: Dent-remat, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	44
Abbildung 22: Dent-Tensic, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	45
Abbildung 23: FD-TiBu, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	46
Abbildung 24: FD-TiLF, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	47
Abbildung 25: FD-TiSe, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	48
Abbildung 26: GAC-NS1, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	49
Abbildung 27: GAC-NS2, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	50
Abbildung 28: Ormco-ASE, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	51

Abbildung 29: RMO-FLI27, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	52
Abbildung 30: RMO-FLI35, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	53
Abbildung 31: 3M-NC, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	54
Abbildung 32: 3M-NSE, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)	55
Abbildung 33: AO-NiTi, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm) -Glühtemperatur T[°C]-Diagramm.	57
Abbildung 34: Dent-ETA, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm.	58
Abbildung 35: Dent-rema, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm	59
Abbildung 36: Dent-Tensic, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm	60
Abbildung 37: FD-TiBu, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm	61
Abbildung 38: FD-TiLF, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm	62
Abbildung 39: FD-TiSe, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm	63
Abbildung 40: GAC-NS1, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm	64
Abbildung 41: GAC-NS2, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm	65
Abbildung 42: Ormco-ASE, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm	66
Abbildung 43: RMO-FLI27, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm.....	67
Abbildung 44: RMO-FLI35, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm.....	68
Abbildung 45: 3M-NC, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm.....	69
Abbildung 46: 3M-NSE, Kraft F _{bel.} /F _{entl.} (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm.....	70
Abbildung 47: Abweichung (in mm) der Ist-Höhen (Messwerten) von den Soll-Höhen der Herstellerangaben:.....	71
Abbildung 48: Abweichung (in mm) der Ist-Breiten (Messwerte) von den Soll-Breiten der Herstellerangaben:.....	71
Abbildung 49: Einfluss der gemessenen Bogendimension auf das Flächenträgheitsmoment.....	75
Abbildung 50: Darstellung des günstigen (grün) Arbeitsbereichs in Abhängigkeit von Glühdauer und - temperatur	77

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Ms- Temperaturen ternärer Legierungen (nach Tietze 1985).....	11
Tabelle 2: Herstellerangaben zur Bedienung des Memory-Makers.	22
Tabelle 3: Verwendete Bögen sowie deren Hersteller und Referenznummern.	25
Tabelle 4: Versuchsparameter des Winkel- und 3-Punkt-Biegeversuchs.	28
Tabelle 5: Kriterien zur Bewertung von superelastischen Drähten.	39
Tabelle 6: Erzielte Scores /Gesamtscores aller Drähte beim 3-Punkt-Biegeversuch.	81

Abkürzungsverzeichnis

A	Ampere
A _f	Austenit-Endtemperatur
A _s	Austenit-Starttemperatur
At.-%	Atomprozent
Al	Aluminium
Au	Gold
b	Breite
bzw.	beziehungsweise
C	Kohlenstoff
°C	Grad Celsius
ca.	circa
cm	Zentimeter
Co	Kobalt
Cr	Chrom
Cu	Kupfer
DIN	Deutsches Institut für Normierung
d.h.	das heißt
et al.	et alii
E-Modul	Elastizitätsmodul
EN	Europäische Norm
F	Kraft
F _{bel.}	Kraft der Belastungskurve
Fe	Eisen
F _{el}	gemessene Prüfkraft
f _{el}	elastische Durchbiegung der Probenmitte
F _{entl.}	Kraft der Entlastungskurve
FGL	Formgedächtnislegierung
H	Wasserstoff
h	Höhe
Hz	Hertz
Inch	Zoll; Längeneinheit
ISO	International Organization for Standardization
K	Kelvin
I _y	Flächenträgheitsmoment
L	Länge
L _s	Abstand der Auflagen im 3-Punkt-Biegeversuch
LED	Lichtemittierende Diode
max.	maximal
M _d	Martensit-Deformationstemperatur
M _f	Martensit-Endtemperatur
min	Minuten

min.	minimal
mm	Millimeter
Mn	Mangan
M _s	Martensit-Starttemperatur
N	Newton, Einheit der Kraft
N	Stickstoff
Nb	Niob
Ni	Nickel
Nitinol	Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory
NiTi	Nickel-Titan-Legierung
Nmm	Newtonmillimeter, Maß für das Drehmoment
N/mm ²	Newton pro Quadratmillimeter, Maß für die mechanische Spannung
O	Sauerstoff
P	Druck
PPI	Pixel Per Inch (Punkte pro Zoll)
%	Prozent
S	Schwerpunkt
SD	Standardabweichung
SE	superelastisch
sog.	so genannt
T	Temperatur
Ti	Titan
T _{Prüf}	Prüftemperatur / Umgebungstemperatur
TTT	Time Temperature Transformation
TiO ₂	Titandioxid
TSB	Torque-Segment-Bogen
V	Vanadium
V	Volt
VAR	Vacuum arc remelting
vgl.	vergleiche
VIM	Vacuum induction melting
X	beliebiges chemisches Element
z.B.	zum Beispiel
Zr	Zirkonium

1. Einleitung und Literaturübersicht

Anfang der 60er-Jahre wurde die Nickel-Titan Formgedächtnis-Legierung (FGL) Nitinol entdeckt. Der Name Nitinol stand hierbei als Akronym für den Entstehungsort „**N**ickel **T**itanium **N**aval **O**rdnance **L**aboratory“ sowie für ein Legierungsverhältnis von 55% Nickel und 45% Titan. Nach einer bleibenden mechanischen Deformation konnte die Legierung durch eine nachfolgende Erwärmung wieder in die Ursprungsform zurückgeführt werden (Formgedächtnis Effekt) (Petzold 2006). Heute unterscheidet man bei den Formgedächtnis-Legierungen zwischen den Formgedächtnis-Effekten und der Superelastizität. Während sich die Legierung bei den Formgedächtnis-Effekten temperaturinduziert an ihre ursprüngliche Form zurückerinnert, geschieht dies bei der Superelastizität spannungsinduziert. Grundlegend für das Vorhandensein dieser Eigenschaften ist das Vorliegen einer diffusionslosen Umwandlung zwischen zwei existierenden Kristallstrukturen innerhalb der Legierung: der Austenit-Phase (Hochtemperaturphase) und der Martensit-Phase (Tieftemperaturphase) (Gümpel und Gläser 2004). Generell zeichnen sich die FGL durch einen geringen Elastizitätsmodul, eine hohe Flexibilität, eine hohe Rückstellkraft sowie eine gute Biokompatibilität aus (Petzold 2006). Der Elastizitätsmodul (E-Modul) stellt dabei einen Materialkennwert für die Materialsteifigkeit dar, welcher umso größer ausfällt, je mehr Widerstand ein Werkstoff seiner Deformation entgegensetzt (Sander 2011).

Erste Anwendungen der NiTi-Legierungen in der kieferorthopädischen Behandlung führten Andreasen und Hilleman im Jahr 1971 durch (Andreasen und Hilleman 1971). Die unter dem Namen Nitinol (3M Unitek, Kalifornien, USA) produzierten Drähte wiesen einen geringen E-Modul und hohe Elastizitätsgrenzen auf, zeigten jedoch aufgrund von Kaltverfestigungsprozessen, weder Superelastizität noch Formgedächtniseffekte (Miura et al. 1986). Die mit superelastischen Eigenschaften ausgestatteten NiTi-Legierungen erlangten erst im Jahr 1978 durch Furukawa Electric Co., Ltd. of Japan ihren Durchbruch (Miura et al. 1986). Die Superelastizität stellt heute eines der wichtigsten kieferorthopädisch nutzbaren Phänomene dar: Trotz einer zunehmenden Verformung verharrt die Kraftabgabe auf einem konstanten Niveau. Im klinischen Alltag weisen sie aufgrund des hohen Deflexionsvermögens und des kleinen E-Moduls ein breites Anwendungsspektrum, in Form von Nivellierungsbögen, Aufrichtefedern und Retraktionsfedern auf (Wichelhaus et al. 2010). In der Nivellierungsphase der Multiband-Bracket-Therapie üben sie, im Gegensatz zu konventionellen Stahllegierungen, trotz großer Deformationen über lange Behandlungsstrecken, kleine und konstante Kräfte aus (Miura et al. 1986). Zudem zeigen sie,

trotz ihres hohen Nickelgehalts, ein geringes Korrosionsverhalten und eine gute Biokompatibilität auf.

Um die NiTi-Legierungen individuell an die Behandlungsbedürfnisse eines Patienten anpassen zu können, werden sie mit Hilfe des Memory-Makers nach Prof. Dr. Sander (Forestadent, Pforzheim, Deutschland) durch direkte thermoelektrische Formprogrammierung modifiziert.

Das zu programmierende Drahtsegment wird dabei, laut Herstellerangaben, zwischen den zwei Zangen des Memory-Makers eingeklemmt und durch eine elektrische Widerstandserwärmung bei Temperaturen zwischen ca. 400°C und 600°C gegläht und folglich in der neuen Form fixiert. Das Hauptproblem dieser Methode stellt die schlechte Temperaturkontrolle dar. Die während der Programmierung eingeleitete Temperatur ist nur anhand der Anlauffarben der Titanoxidschicht der Legierung abschätzbar und somit sehr von der Erfahrung des Behandlers abhängig. Jede Wärmebehandlung bedingt wiederum eine nicht genau vorhersehbare Änderung der Mikrostruktur und der materialspezifischen Eigenschaften. Die NiTi-Legierungen verhalten sich sehr empfindlich gegenüber Wärmebehandlungen und zeigen zudem zwischen verschiedenen Herstellern große Unterschiede bei den Veränderungen der Materialeigenschaften (Brauchli et al. 2011a). Wärmebehandlungen ab 600°C führten meist zu einem Verlust der superelastischen Eigenschaften (Miura et al. 1986).

Folglich beschäftigte sich die vorliegende Arbeit mit der thermomechanischen Formprogrammierung von superelastischen NiTi-Legierungen und den damit verbundenen Änderungen der materialspezifischen Eigenschaften. Ziel war es, die ideale Glühdauer-Glüh Temperatur-Kombination zu erörtern, um eine vorgegebene Form in einen superelastischen NiTi-Draht einzuprogrammieren, ohne Einbußen der superelastischen Eigenschaften hinnehmen zu müssen. Dafür wurden die wärmebehandelten Drähte einem 3-Punkt-Biegeversuch unterzogen und anschließend anhand eines neu konzipierten Bewertungsmaßstabes analysiert. Am Ende sollte geklärt werden, welcher der getesteten Drähte sich als der anwenderfreundlichste herausstellte und welche Änderung am Memory-Makers in der Zukunft getätigt werden sollte, um einen einwandfreien, sicheren und schnellen Therapieerfolg erzielen zu können.

1.1 Formen des Formgedächtnisses

Bei den Formgedächtnislegierungen (FGL) handelt es sich um Legierungen, wie beispielsweise Nickel-Titan, Kupfer-Zink-Aluminium oder Kupfer-Aluminium-Nickel, die sich nach einer stattgefundenen plastischen Verformung, temperaturabhängig (Formgedächtniseffekt) oder spannungsabhängig (Superelastizität) an die ursprüngliche Gestalt zurückerinnern können. Eine vollständige Reversibilität der Verformung kann jedoch nur dann vollzogen werden, wenn die vorherige plastische Deformation nicht mehr als ca. 8% betrug (Gümpel und Gläser 2004).

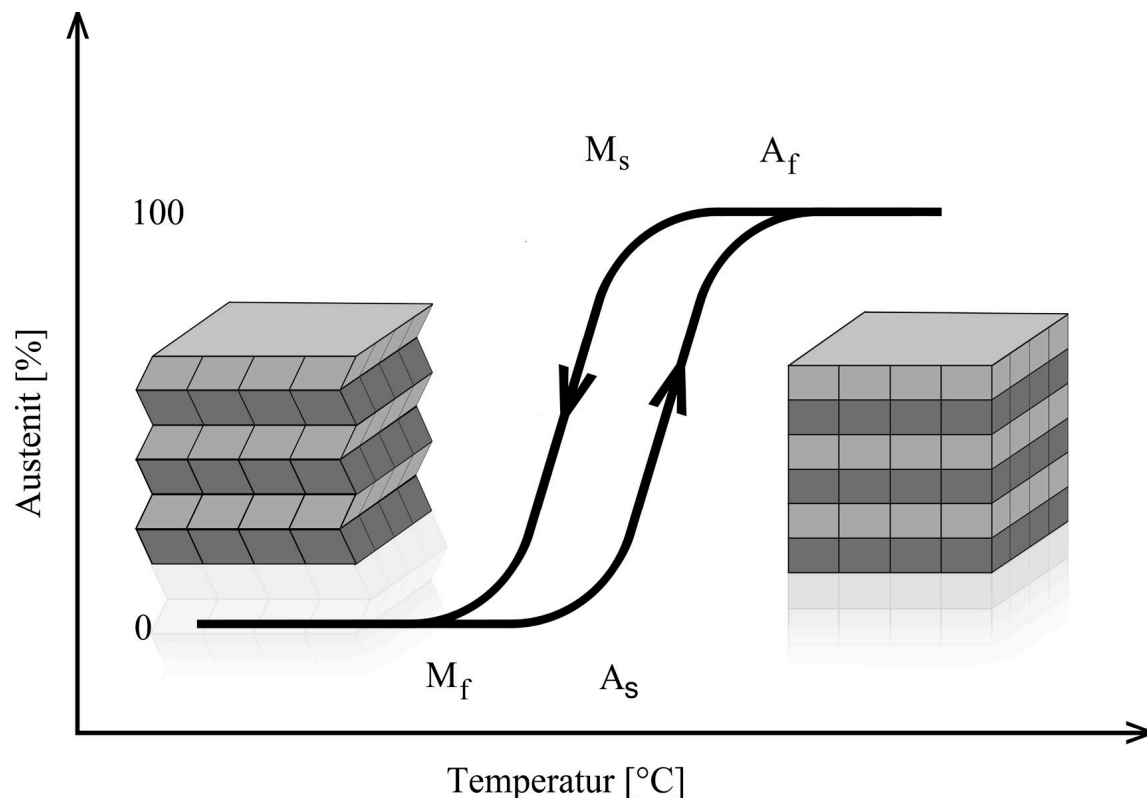


Abbildung 1: Hysterese und Umwandlungstemperaturen (modifiziert nach Gümpel und Gläser 2004).

Entscheidend für das Vorliegen eines Formgedächtnisses ist die temperatur- oder spannungsabhängige Existenz unterschiedlicher Atomanordnungen innerhalb der Mikrostruktur des Kristallgitters. In der Hochtemperaturphase (Austenit-Phase) liegen die Atome in einer kubisch-raumzentrierten Gitteranordnung vor, während in der Tieftemperaturphase (Martensit-Phase) ein hexagonal-dichtest gepacktes Gitter vorherrscht.

Bei der thermisch- oder spannungsinduzierten Umwandlung vom Austenit zum Martensit kommt es auf atomarer Ebene zu einer diffusionslosen Abscherung der einzelnen Atomschichten (Gümpel und Gläser 2004). Die thermisch induzierte Phasenumwandlung vom Austenit zum Martensit (Kühlkurve), sowie die Umwandlung vom Martensit zum Austenit (Heizkurve) laufen dabei jeweils bei unterschiedlichen Temperaturen ($\Delta T \cong 20^\circ\text{C}$) ab. Die Trennung der beiden Kurven wird als Hysterese bezeichnet.

Die Umwandlung zum Austenit beginnt mit der Austenit-Starttemperatur A_s und endet mit der Austenit-Endtemperatur A_f . Bei dieser Temperatur liegt die Legierung vollständig im austenitischen Zustand vor. Umgekehrt beginnt die Martensit-Bildung mit einer Abkühlung bei der Martensit-Starttemperatur M_s und endet mit der Martensit-Endtemperatur M_f . Bei dieser Temperatur liegt die Legierung vollständig im Martensit-Zustand vor (Gümpel und Gläser 2004). Wie Abbildung 1 darstellt, bilden dabei die Temperaturpunkte M_s , M_f , A_s und A_f die Eckpunkte der Hysterese (Gümpel und Gläser 2004).

1.1.1 Formgedächtniseffekte

Bei den Formen der Formgedächtniseffekte handelt es sich um die thermisch-induzierten Martensitumwandlungen. Im Folgenden sollen die unterschiedlichen Effekte dargestellt werden.

Einweg-Effekt

Liegt die Umgebungstemperatur $T_{\text{Prüf}}$ unterhalb der Martensit-Endtemperatur M_f , so befindet sich der Werkstoff in der Tieftemperaturphase (Martensit) und kann den Einweg-Effekt ausüben: Durch eine äußere Belastung verschieben sich die Atomschichten, und am Werkstoff verbleibt eine makroskopische Deformation (Paul 2012). Erwärmt man anschließend den verformten, im lastfreien Zustand befindlichen Werkstoff, über die Austenit-Starttemperatur A_s hinaus, führt dies zur Ausbildung der Austenit-Struktur und zu einer Rückkehr in die ursprüngliche Form. Abbildung 2 stellt den Einweg-Effekt in Abhängigkeit von der Verformung τ und der Temperatur T dar. Bei der Austenit-Endtemperatur A_f ist die vollständige Umwandlung zum Austenit abgeschlossen (Gümpel und Gläser 2004; Miyazaki et al. 1989; Rolfs 2011). Ein darauffolgendes Abkühlen führt zu keiner weiteren makroskopischen Formänderung. Es kommt lediglich zur Ausbildung des Martensit-Zustandes, da diese Kristallform bei tieferen Temperaturen bevorzugt eingenommen wird (Gümpel und Gläser 2004; Miyazaki et al. 1989; Tautzenberger 1988).

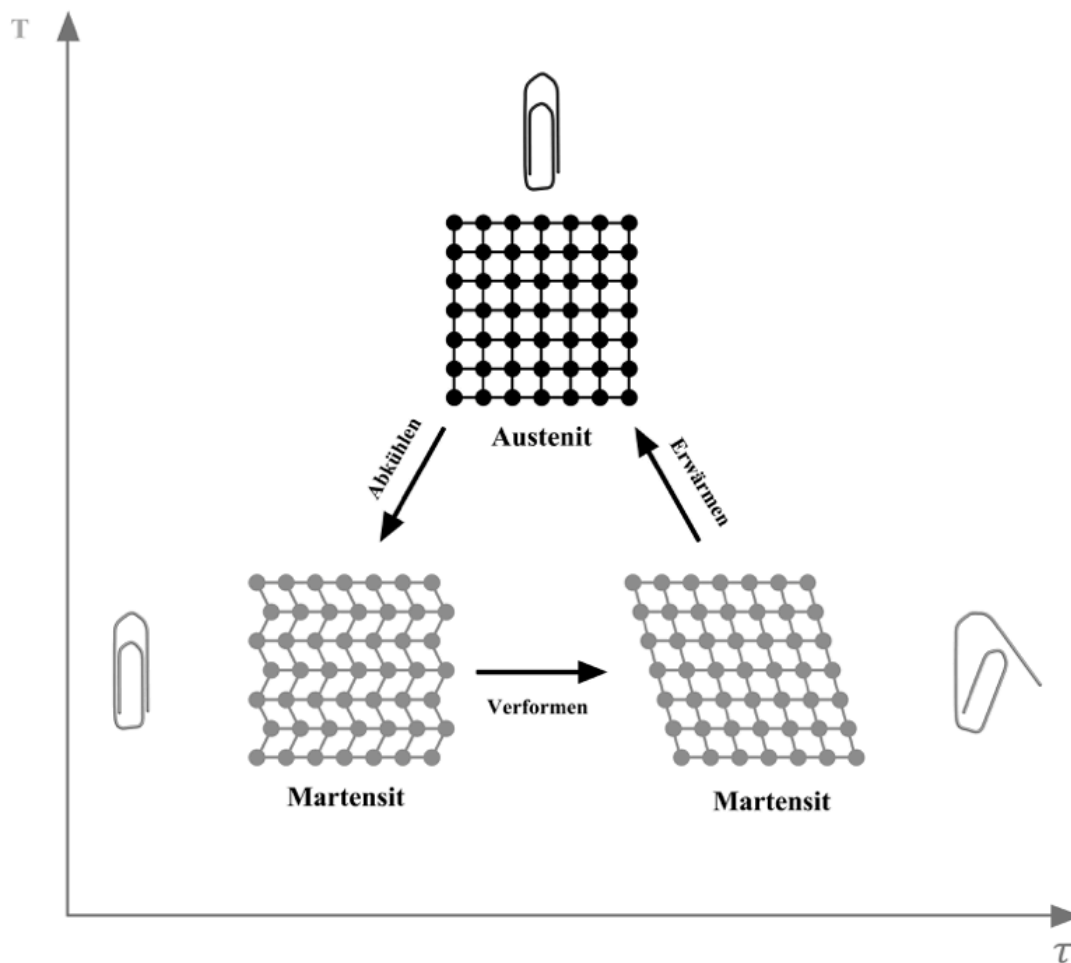


Abbildung 2: Darstellung des Einweg-Effekts (modifiziert nach Gümpel und Gläser 2004; Tautzenberger 1988).

Zweiweg-Effekt

Der Zweiweg-Effekt umschreibt die Fähigkeit einer Legierung sich an seine Form in der Hoch- und in der Tieftemperaturphase erinnern zu können (Gläser 2007):

Verformt man eine martensitische NiTi-Legierung über ihr reversibles Verformungsvermögen hinaus, so kommt es neben der reversiblen, auch zu einer irreversiblen plastischen Verformung. Diese plastische Verformung ruft innerhalb der Kristallstruktur einen Defekt hervor, welcher eine vollständige Rückkehr in die Ursprungsform verhindert. Bei der Erwärmung über A_s hinaus kann daher lediglich das Ausmaß der reversiblen Verformung rückgängig gemacht werden (Gümpel und Gläser 2004; Tautzenberger 1988). Kühlt man die Probe anschließend auf Temperaturen $T_{\text{Prüf}} < M_s$ ab, so geht diese mikroskopisch in den martensitischen Zustand zurück, wobei die Verformung in Richtung des trainierten

mechanischen Zustands tendiert. Abbildung 3 zeigt das Verhalten der Legierung: Beim Erwärmen versucht diese in ihren Ursprungszustand und beim Abkühlen in Richtung des eintrainierten Zustands zurückzukehren (Rofls 2011).

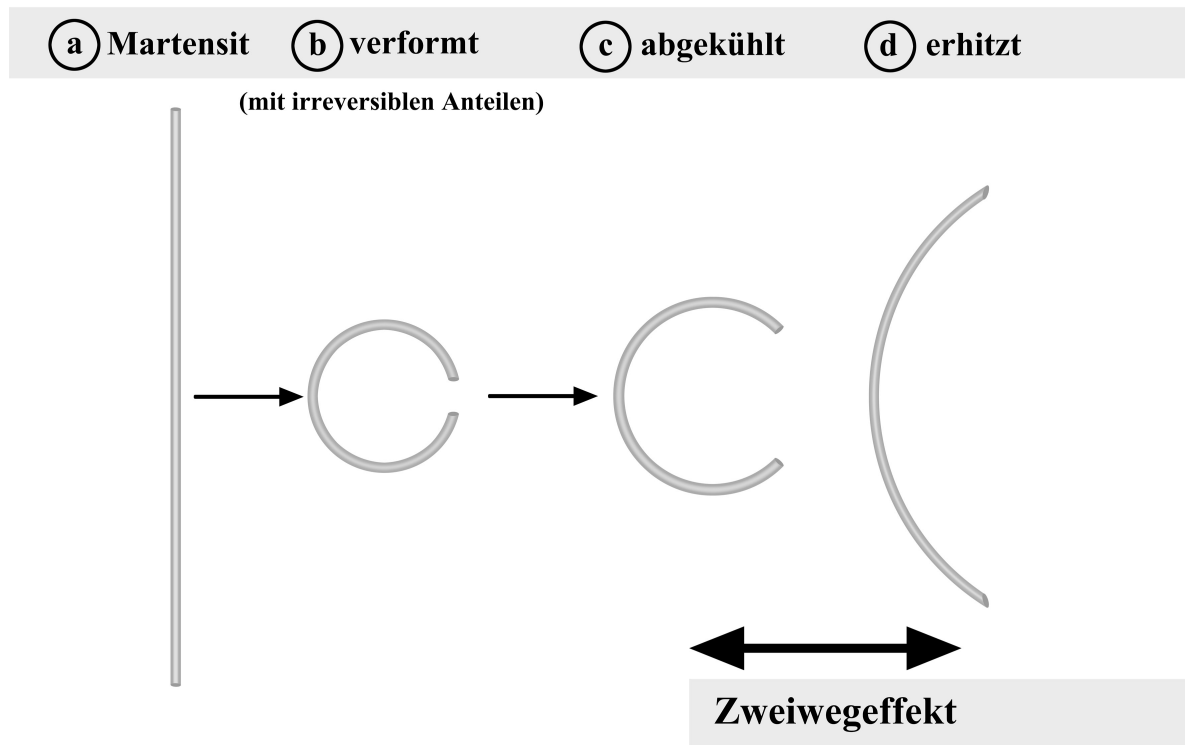


Abbildung 3: Darstellung des Zweiweg-Effekts (modifiziert nach Tautzenberger 1988).

1.1.2 Superelastizität

Anders als bei den thermischen Formgedächtniseffekten, kommt es bei der Superelastizität nicht zu einer temperatur-, sondern zu einer spannungsinduzierten martensitischen Umwandlung. Superelastische Legierungen kehren nach dem Fernbleiben einer äußeren Belastung in ihre Ursprungsform zurück: sie weisen ein mechanisches Formgedächtnis auf (Fernandes et al. 2011). Diese Eigenschaft hängt dabei maßgeblich von ihrer phasenabhängigen Kristallstruktur ab. Ein nutzbares superelastisches Verhalten zeigen Legierungen, die bei Raumtemperatur $T_{\text{Prüf}}$ in ihrer Hochtemperaturphase (Austenit) vorliegen, wobei für die Temperatur gilt: $M_d > T_{\text{Prüf}} > A_f$. Oberhalb der Martensit Deformations-Temperatur (M_d) ist die Austenit Kristallstruktur derart stabil, dass es zu keiner Martensit-Bildung mehr kommen kann.

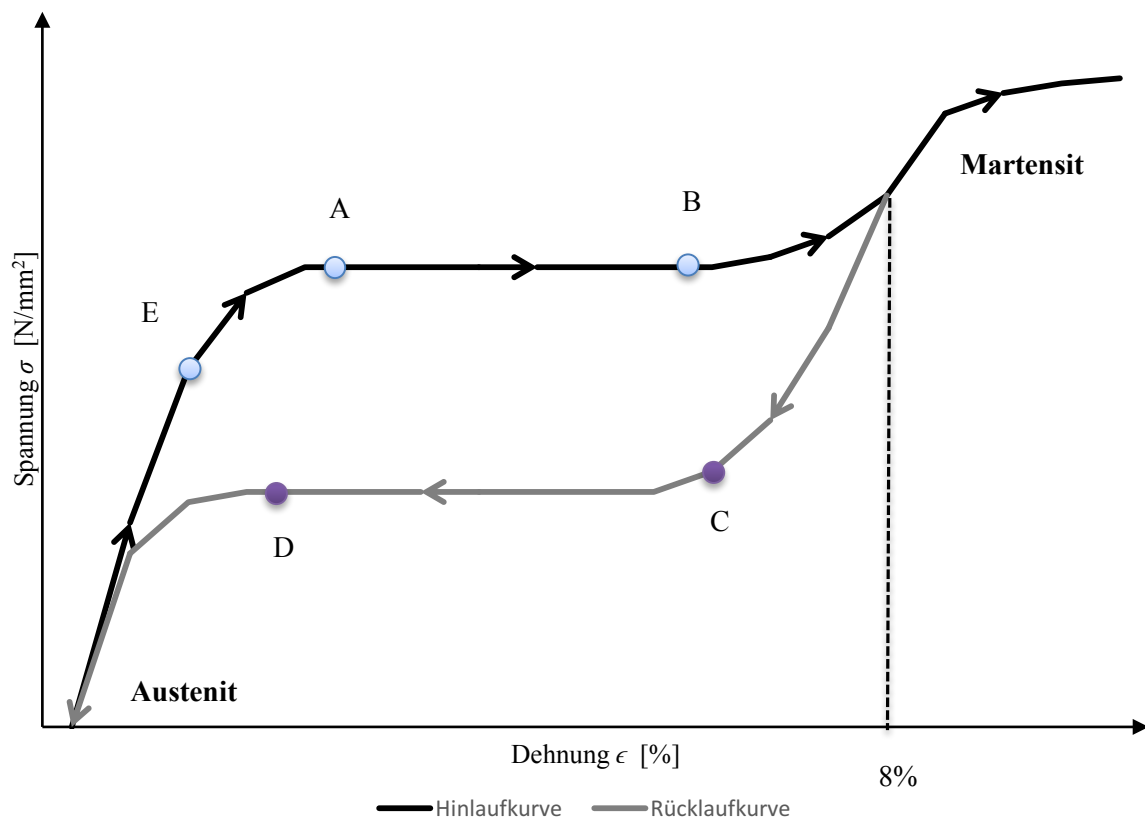


Abbildung 4: Belastungs- und Entlastungskurve (modifiziert nach Gumpel und Gläser 2004).

Belastet man einen im austenitischen Zustand befindlichen Körper mit einer mechanischen Spannung, so wird dieser zunächst im Sinne des Hookeschen Gesetzes elastisch verformt. Spannung und Dehnung stehen in einem linearen Zusammenhang zueinander, siehe Abbildung 4, Punkt E. Kommt es zu einer weiteren Belastung, spiegelt sich dies in einem Spannungsplateau im Spannungs-Dehnungs-Diagramm wider (siehe Punkt A nach Punkt B). In diesem Bereich vollzieht sich die spannungsinduzierte Martensitbildung (Zwillingsbildung): Die Spannung verharrt auf einem konstanten Niveau, wobei die Dehnung stetig zunimmt. Übertragen auf den kieferorthopädischen Bereich hat dies zur Folge, dass im Plateaubereich der Legierung, trotz einer immer weiter ansteigenden Verformung, eine konstante Kraftabgabe gegeben ist, und somit eine schonende Behandlung erzielt werden kann. Am Ende des martensitischen Plateaus, Punkt B, erfolgt wieder eine nahezu elastische Verformung des entzwilligten Martensits, siehe Abbildung 4, von Punkt B nach Punkt C.

Wird der Werkstoff nach dem linearen Bereich nun wieder entlastet, Punkt C zu Punkt D, wandelt sich der spannungsinduzierte Martensit wieder in die Form des Austenit um, solange die kritische Dehnungsgrenze der NiTi-Legierung von 7 – 8% (Fernandes et al. 2011) bzw. 8 -

10% (Gümpel und Gläser 2004) nicht überschritten wurde. Im Spannungs-Dehnungs-Diagramm lässt sich eine Spannungshysterese erkennen. Diese hat zur Folge, dass die Rückumwandlung vom Martensit zum Austenit bei geringeren Spannungswerten abläuft, als die spannungsinduzierte Umwandlung vom Austenit zum Martensit (Gümpel und Gläser 2004).

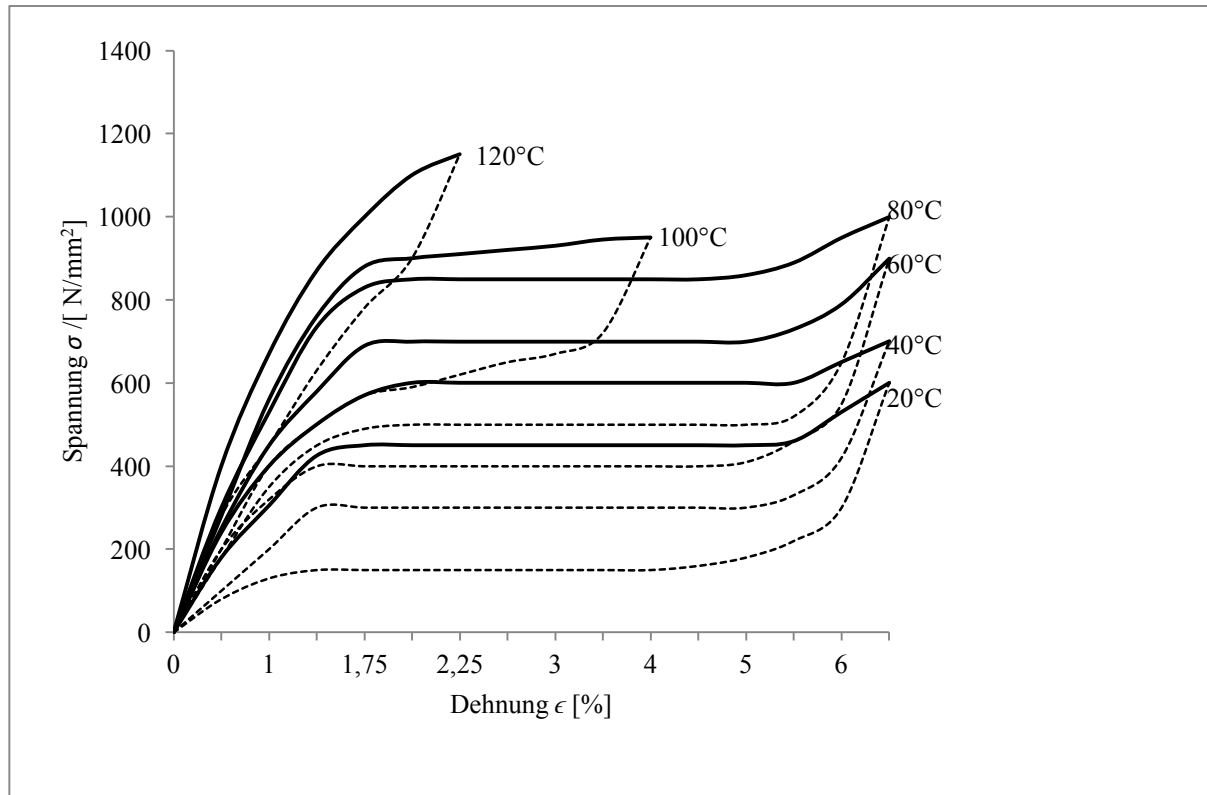


Abbildung 5: Spannungs-Dehnungskurven einer NiTi-Legierung (As ca. 0°C) bei unterschiedlichen Prüftemperaturen (modifiziert nach Stöckel 1988).

Der Spannungswert, der die martensitische Umwandlung induziert, kann abhängig von der Umgebungstemperatur $T_{\text{Prüf}}$ variieren. Abbildung 5 zeigt auf, dass bei tieferen Temperaturen die martensitische Umwandlung bereits bei geringeren Spannungswerten abläuft. Die Ursache liegt in der thermodynamischen Stabilisierung der austenitischen Kristallstruktur bei einer höheren Temperaturdifferenz ΔT zwischen $T_{\text{Prüf}}$ und A_f (Fischer-Brandies et al. 2003; Gümpel und Gläser 2004; Otsuka und Shimizu 1986). Dadurch wird die treibende Kraft für die Umwandlung (hier: mechanische Spannung) mit zunehmender Temperaturdifferenz ΔT immer größer (Zusammenhang nach Clausius-Clapeyron). Kieferorthopädische Drähte, deren austenitischen Zustände bereits bei Raumtemperaturen vorliegen, zeigen dadurch höhere

mechanische Spannungen bei Körpertemperatur. Die Ursache liegt hierbei, wie bereits oben erwähnt, in der thermischen Stabilisierung des Austenits (Fischer-Brandies et al. 2003).

1.2 Herstellungsverfahren der NiTi-Formgedächtnislegierungen

Das primäre Legierungsschmelzen der NiTi-Legierungsbestandteile erfolgt meist mit Hilfe des Vakuum-Induktionsschmelzens VIM (Vacuum induction melting) oder des Vakuum-Lichtbogen-Schmelzens VAR (Vacuum arc remelting) (Pelton et al. 2003). Die Rohbestandteile müssen dabei einen hohen Reinheitsgrad aufweisen, da jede Modifikation der chemischen Zusammensetzung eine Änderung der spezifischen Materialeigenschaften und deren Umwandlungstemperaturen hervorzurufen vermag (Pelton et al. 2003; Stöckel 2001). Aufgrund der hohen Reaktivität des Titans gegenüber Sauerstoff und den damit verbundenen Oxid-Verunreinigungen werden die Schmelzprozesse entweder unter einer Hochvakuum-Atmosphäre oder innerhalb einer inerten Argon-Gasatmosphäre durchgeführt (Mertmann 2004). Mehrmalige Umschmelzvorgänge führen zu einer zusätzlichen Reduzierung von etwaigen entstandenen Oxidverunreinigungen und zur Homogenisierung der Schmelze (Mertmann 2004).

Die entstandenen NiTi-Gussblöcke werden durch Warmumformungsprozesse im Durchmesser reduziert und in Form gebracht (Pelton et al. 2003). Dies erfolgt durch das Freiformschmieden und durch das Warmwalzen bei Temperaturen zwischen 600°C und 900°C. Anschließend werden die entstandenen Coils (Metallbänder/Metalldrähte) beim sog. Drahtziehen durch einen Ziehstein gezogen, wobei sich der Durchmesser bei jeden erneuten Ziehvorgang verkleinert, bis die gewünschten Maße erreicht sind. Nach der Warmumformung zeigt der Werkstoff jedoch nur schlechte mechanische Eigenschaften, geringe Formgedächtnis-Effekte und geringe Superelastizität (Pelton et al. 2003). Um das gewohnte Werkstoffverhalten wieder zu erreichen, ist eine nachfolgende Kaltverformung mit Abschlusswärmebehandlung erforderlich.

Die warmverformten Werkstücke werden durch zusätzliche Kaltumformungen, wie dem Drahtziehen (Rundmaterial) oder dem Kaltwalzen (Bändern), weiterverarbeitet (Mertmann 2004). Aufgrund ihres Formgedächtnisses behalten die Werkstücke jedoch bei jeder durchgeführten Kaltverformung nur einen Teil der Verformung bei (Stöckel 2001). Zudem ist die Legierung nach den Kaltverfestigungs-Prozessen noch nicht mit allen erwünschten Materialeigenschaften ausgestattet (Pelton et al. 2003).

Um die endgültigen mechanischen Eigenschaften, wie Superelastizität und Memory Effekte, zu erhalten, ist eine weitere Wärmebehandlung erforderlich. Diese wird zumeist unter Formzwang und bei tieferen Temperaturen (zwischen 450°C - 550°C) durchgeführt und stellt den entscheidenden Schritt bei der sog. "thermomechanischen Behandlung" des Materials dar. Diese Wärmebehandlung bewirkt einerseits die typische Bogenform und andererseits die gewünschten superelastischen Eigenschaften. Abschließend werden sie zu den kieferorthopädischen Bögen zurechtgeschnitten (Pelton et al. 2003).

1.3 Einflüsse auf die Materialeigenschaften

Die Materialeigenschaften der NiTi-Formgedächtnislegierungen können einerseits durch die gezielte Variation der chemischen Zusammensetzung und andererseits durch unterschiedlich durchgeführte Wärmebehandlungen verändert werden (Fischer-Brandies et al. 2003). Dies soll im Folgenden erläutert werden.

1.3.1 Einflüsse der chemischen Zusammensetzung

Bei der Definition der Materialeigenschaften, wie der Superelastizität oder den Formgedächtnis-Effekten, spielt die stöchiometrische Zusammensetzung der binären NiTi-Legierung eine entscheidende Rolle. In einem Konzentrationsbereich des Nickels von 50 At.-% bis 51 At.-% erweisen sich die Legierungen als äußerst empfindlich gegenüber einer Variation des Nickelgehalts. So führt bereits eine Erhöhung des Nickelgehalts um 0,1 At.-%, wie in Abbildung 6 dargestellt, zu einer Absenkung der Umwandlungstemperatur M_s von ca. 10°C (Gall et al. 2005; Hönscheid 2009; Otsuka und Ren 2005; Undisz 2009). Die Absenkung der M_s -Temperatur führt zu einer Stabilisierung der Austenit-Phase und begünstigt folglich das superelastische Verhalten. Im Gegensatz dazu, stabilisiert ein geringer Nickel-Gehalt die martensitische Mikrostruktur und führt zur Ausbildung von Formgedächtnis-Effekten (Briceno et al. 2013).

Eine Änderung der Umwandlungstemperatur M_s kann zudem durch das Zulegieren eines dritten Legierungsbestandteils wie z.B. Kupfer (Cu), Eisen (Fe), oder Chrom (Cr) erreicht werden (Pelton et al. 2003). Tabelle 1 zeigt die Martensit-Starttemperatur M_s in Abhängigkeit von der Legierungszusammensetzung auf (Tietze 1985). Es wird deutlich, dass bereits kleine Modifikationen der Legierungsbestandteile starke Änderungen der Umwandlungstemperaturen hervorrufen

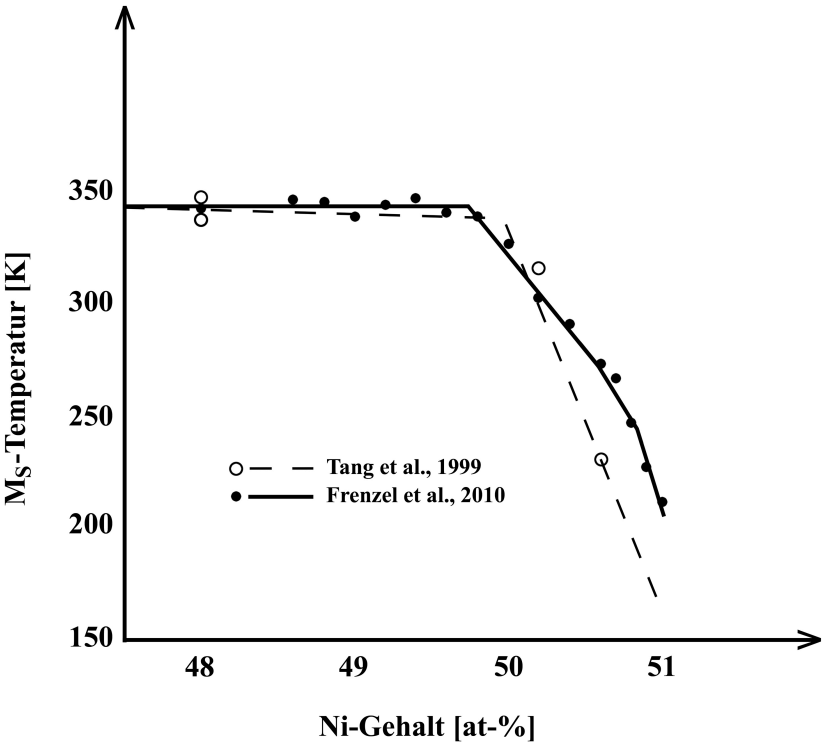


Abbildung 6: Abhängigkeit der M_s -Temperatur vom Nickelgehalt (modifiziert nach Frenzel et al. 2010).

Tabelle 1: M_s - Temperaturen ternärer Legierungen (nach Tietze 1985).

Ni [At. -%]	Ti [At. -%]	X [At. -%]	M_s (°C)
55	45	0	-50
50	50	0	35
48	52	0	115
45	55	0	70
48	50	Au ²⁺	75
48	50	Co ²⁺	0
47	50	Fe ³⁺	-100
45	50	V ⁵⁺	>25
45	50	Cr ⁵⁺	-100
45	50	Mn ⁵⁺	-116
45	50	Cu ⁵⁺	>25
50	48	Zr ²⁺	100
50	48	Al ²⁺	-5
50	48	Mn ²⁺	-30

1.3.2 Einflüsse der thermomechanischen Behandlung

Die Literatur zeigt, dass die thermomechanische Behandlung einerseits zu einer Änderung der mechanischen Eigenschaften (Wichelhaus et al. 2010) und andererseits zu einer Änderung der chemischen Zusammensetzung führt (Otsuka und Ren 2005). In der Kieferorthopädie will man durch die Formprogrammierung mit Hilfe des Memory-Makers möglichst keine nachteiligen Änderungen der Kraftwerte oder der Oberflächenbeschaffenheit herbeiführen. Dies könnte im Extremfall zu einem Verlust der superelastischen Eigenschaften, zu erhöhten reibungsbedingten Kraftverlusten am Bracket, oder zu einer erhöhten Plaqueakkumulation führen (Wichelhaus et al. 2005).

Mechanische Auswirkungen

Im Rahmen der Herstellungsprozesse oder der Individualisierung von superelastischen kieferorthopädischen Drähten mittels Memory-Maker kann durch die Wärmebehandlung eine Neueinstellung der Umwandlungstemperaturen sowie eine Änderung der Plateauhöhe vorgenommen werden (Pelton et al. 2000). In den superelastischen NiTi-Legierungen kommt es dabei zu einer Ausscheidung von Ni-reichen Verbindungen, welche wiederum zu einer Nickel-Verarmung der umliegenden Matrix führen (Stöckel 2001). Welche Art von Ausscheidung entsteht, hängt dabei vom jeweiligen Ni-Ti-Verhältnis der Legierung ab. So neigen titanreiche Verbindungen zur Ausbildung von NiTi₂-Ausscheidungen (Mehrabi et al. 2009), wohingegen nickelreiche Verbindungen meist Ni₄Ti₃-Ausscheidungen bilden (Otsuka und Ren 2005). Das superelastische Verhalten wird bei den Wärmebehandlungen maßgeblich durch die Expositionszeit und die Expositionstemperatur beeinflusst (Miura et al. 1986; Pelton et al. 2000). In Form eines TTT-Diagramm (Time-Temperature-Transformation) lassen sich diese Zusammenhänge darstellen (Abbildung 7). Einerseits verdeutlicht die Abbildung, dass Temperaturen von 300°C keine wesentliche Änderung der Umwandlungstemperatur bewirken. Andererseits zeigen Temperaturen von 450°C bereits bei einer kurzen Expositionszeit einen großen Einfluss auf die Umwandlungstemperatur A_s. Man geht davon aus, dass es im Bereich von 450°C zu einer maximalen Ausscheidung an nickelreichen Verbindungen kommt (Pelton et al. 2000).

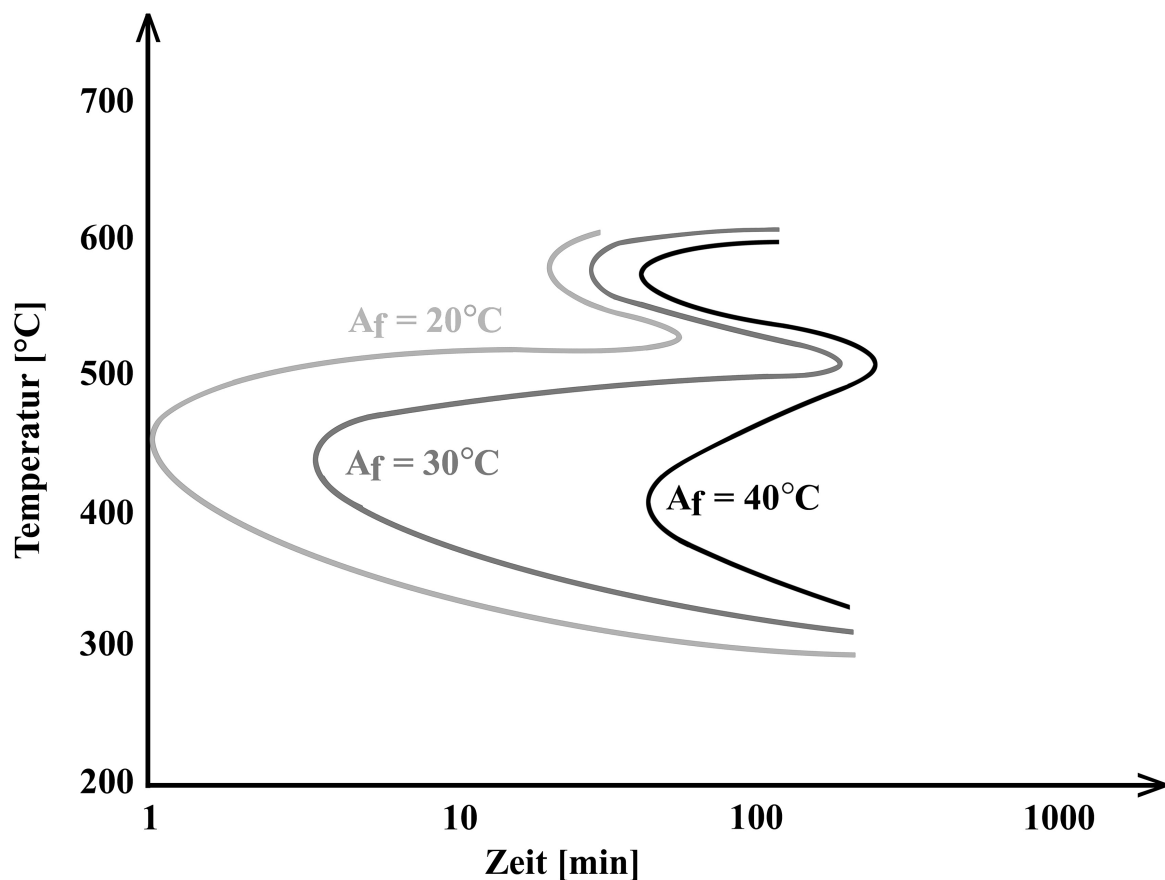


Abbildung 7: TTT-Diagramm für eine superelastische NiTi-Legierung (modifiziert nach Pelton et al. 2000).

Unterzieht man zudem NiTi-Legierungen mehrmaligen thermomechanischen Trainingszyklen, so hat neben der Arbeitstemperatur und der Trainingsdauer, vor allem die Trainingshäufigkeit einen wesentlichen Einfluss auf die Umwandlungstemperatur, die Mikrostruktur und auf das mechanische Verhalten (Mehrabi et al. 2009; Wichelhaus et al. 2010). Durch häufige Trainingszyklen zeigte sich ein immer stärker ausgeprägter Zweiweg-Effekt, ein Anstieg der Härte und der Dehnfestigkeit, sowie ein Absenken der Umwandlungstemperatur M_s (Gall et al. 2005; Mehrabi et al. 2009; Otsuka und Ren 2005). Man geht davon aus, dass die Veränderung der Materialeigenschaften wieder auf die Ausbildung von Ausscheidungen zurückzuführen ist (Gall et al. 2005), welche sich durch die mehrmalige thermische Behandlung anhäufen und folglich die Mikrostruktur verändern.

Chemische Auswirkungen (Korrosion, Biokompatibilität)

NiTi-Drähte, die in *in vivo* Studien eine Biegebeanspruchung erfuhren, zeigten ein anfängliches Absinken der Korrosionsbeständigkeit (Liu et al. 2011), sowie eine deutlich höhere Nickelionenkonzentration der oberflächlichen Schicht auf (Shabalovskaya et al. 2003). Man geht davon aus, dass dies auf die Zerstörung der oberflächlich aufliegenden Passivierungsschicht TiO_2 zurückzuführen ist. Nach geraumer Zeit konnte jedoch eine Repassivierung durch eine dünne TiO_2 Schicht festgestellt werden (Liu et al. 2011). Um die durch thermomechanische Behandlung erzeugte oberflächliche Nickelanreicherung zu minimieren, wurden Nitinol Werkstoffe chemisch geätzt und einer chemischen Passivierung unterzogen. Hierbei konnte eine neu entstandene dickere Passivierungsschicht nachgewiesen werden (Shabalovskaya et al. 2003; Shabalovskaya et al. 2012).

1.4 Biokompatibilität der NiTi-Legierungen

Um die Biokompatibilität der NiTi-Legierungen im medizinischen Bereich beurteilen zu können, muss deren Allergisierungspotential und Korrosionsbeständigkeit bewertet werden. Im Fokus steht dabei die korrosionsbedingte Freisetzung von Nickelionen, welche bekanntermaßen Kontaktallergien hervorzurufen vermag. Heute geht man davon aus, dass etwa 15% der Bevölkerung an einer Nickelallergie erkranken, der Anteil der dentalen Allergien wird mit 1:400 beziffert (Reichl et al. 2007). Bei Nickelallergien handelt es sich um eine Typ IV-vermittelte Reaktion, eine sog. zellvermittelte Allergie, bei der es nach einem erfolgten Nickelkontakt zu einer Lymphokin-Freisetzung der T-Lymphozyten kommt, welche wiederum eine Aktivierung von Makrophagen und mononukleären Zellen bewirken (Terhorst 2005). Charakteristische Anzeichen für eine Kontaktallergie ist die Ausbildung von Rötungen, Bläschen, Ulzerationen oder auch Ekzemen (Bachmann 1987). Um derartige Allergien zu vermeiden wurde in der europäischen Nickeldirektive die maximale Nickelfreisetzung der nickelhaltigen Erzeugnisse für den direkten und länger andauernden Hautkontakt auf $0.5 \mu\text{g}/\text{cm}^2/\text{Woche}$ festgelegt (Europäisches Parlament und Rat 1994).

Obwohl das Mundhöhlenmilieu zu einem erhöhten Korrosionsdruck der NiTi-Legierungen und folglich zu einer fünf- bis sechsfach höheren Nickel-Allergenmenge führt, besteht nur ein geringes Risiko an einer Kontaktallergie zu erkranken. Man geht davon aus, dass dies auf das höhere Absorptions- und Abtransportvermögen der Mundschleimhaut zurückzuführen ist (Diedrich et al. 2002). Mundschleimhautreaktionen wurden zudem selten beobachtet, da man als eigentliches Allergen das Nickelsulfat diskutiert, welches durch eine Reaktion mit

Schweiß nur auf der äußeren Haut entstehen kann (Bachmann 1987). Bei Patienten, die durch Epikutantests eine nachgewiesene Nickelallergie aufweisen, sollte daher auf die therapeutische Anwendung von extraoralen Apparaturen, wie den Headgear oder die Kopf-Kinn-Kappe verzichtet werden (Bachmann 1987). Obwohl NiTi-haltige kieferorthopädische Elemente im Rahmen von *in vivo* / *in vivo* Studien nach dem Eingliedern einen anfänglichen starken Anstieg der Nickelionen Konzentration im Speichel zeigten (Briceno et al. 2013), sank diese in einem Zeitraum von vier bis acht Wochen auf den Normalwert ab (Knickenberg 2010; Liu et al. 2011). Die korrosionsbedingte Ni-Ionen-Freisetzung einer vollständigen Multibandapparatur lag insgesamt unterhalb der gesetzlichen Vorgaben (Senkutvan et al. 2014).

NiTi-Drähte zeigen nach der klinischer Anwendung in der Mundhöhle, gegenüber deren ursprünglichen Oberflächen, deutlich mehr Rauigkeiten (Wichelhaus et al. 2005). Dies kann wiederum zu einer erhöhten Plaque-Akkumulation führen, welche die Entstehung von Zahnfleischentzündungen oder von Karies fördern kann. Rauigkeiten induzieren zudem einen reibungsbedingten Kraftverlust, welcher den Therapieerfolg verzögern kann. Seitens der Hersteller existieren Methoden, wie die konventionelle Oberflächenpolitur oder die Ionenimplantation, um die Oberflächen zu optimieren und somit negative Nebenwirkungen zu reduzieren (Wichelhaus et al. 2005).

1.5 Anwendungsbeispiele der NiTi-Legierungen

Die NiTi-Formgedächtnis-Legierungen finden aufgrund der vielfältigen mechanischen Eigenschaften in vielen Bereichen der Medizin und Technik Anwendung. Im Folgenden sollen deren medizinischen, zahnmedizinischen und kieferorthopädischen Anwendungsbereiche aufgezeigt werden.

1.5.1 Anwendung in der Medizin

Die Kombination aus guter Biokompatibilität, hoher Flexibilität sowie dem Vermögen sich nach einer starken Verformung an die ursprüngliche Form zurückerinnern zu können, machen die NiTi-Legierungen vor allem interessant für die minimalinvasive Medizin. Hierbei macht man sich meist die Superelastizität und den Einweg-Effekt zunutze. In der Medizin finden sich die FGL häufig in der Gefäßchirurgie, der Endoskopie, sowie in der Orthopädie.

Arteriosklerotisch bedingte Stenosen können oftmals durch die alleinige Verabreichung von Thrombolytika nicht ausreichend revidiert werden. Um eine Offenhaltung, bzw. Rekanalisation zu erreichen, eignen sich selbstexpandierende NiTi-Stents. Sie werden bei Stenosen im Bereich der Koronararterien, der Karotiden oder der Femoralarterien eingesetzt (Petrini et al. 2005). Im Rahmen der Katheterisierung werden die selbstexpandierenden Stents im komprimierten Zustand in das verengte Gefäß eingeführt und an der Stenose platziert. Die Austenit-End Temperatur A_f ist hierbei kleiner als die Körpertemperatur. Nach der Positionierung des Stents und der Entfernung des Katheters, kommt es zur Erwärmung auf Körpertemperatur und somit über A_f hinaus. Der Stent wird im austenitischen Zustand stabilisiert und nimmt seinen dekomprimierten Ursprungszustand wieder ein. Er legt sich an das Endothel an und hält somit die Verengung offen (Hoh et al. 2009; Petrini et al. 2005). Ähnliche selbstexpandierende Stents werden bei Verengungen im Bereich der Galle, der Speiseröhre oder der Luftröhre eingesetzt.

Im Bereich der Endoskopie erfolgen Diagnostik oder minimal-invasive Eingriffe über natürliche Körperöffnungen und kleine Inzisionen. Um bei den engen Platzverhältnissen iatrogenen Gewebeverletzungen zu vermeiden, müssen die Endoskope vor allem eine hohe Flexibilität, eine hohe Knickresistenz und ein kleines Instrumentendesign aufweisen (Duerig et al. 1999; Hoh et al. 2009). Im Gegensatz zu Stahllegierungen weisen NiTi-Legierungen all diese Eigenschaften auf und machen sie ideal im endoskopischen Bereich einsetzbar. Bei minimal-invasiven operativen Eingriffen kommen zusätzliche Aufrüstungen der reinen diagnostischen Endoskope wie z.B. Greifer, Scheren oder Fangkörbe zum Einsatz. So werden thermisch gesteuerte, gelenkfreie NiTi-Greifer bei Biopsien und Fangkörbe zur Entfernung von Gallen- oder Nierensteinen eingesetzt (Petrini et al. 2005).

Die Gedächtniseigenschaften der NiTi-Legierungen machen sich zudem monokortikale Osteosynthese-Drahtklammern zunutze. Die Schenkel der C-förmigen Klammern sind im Ursprungszustand einwärts gekrümmt. Durch Abkühlung im Eiswasser werden diese in eine gewünschte Form gebracht und über den Frakturrenden fixiert. Die Erwärmung der Klammer auf Körpertemperatur führt zur ursprünglichen Krümmung und somit zur Kompression der Frakturrenden (Hoh et al. 2009). Bei kindlichen Unterkieferfrakturen stellt sich diese Behandlungsmethode als besonders risikoarm, schmerzfrei und einfach durchführbar dar. Diese minimal-invasive OP-Methode reduziert die Gefahr von Wachstumsstörungen, Knochendeformationen, Zahnkeim- oder Nervenschädigungen. Die Frakturfixation erfolgt

hierbei halbsteif, was zu einer primären Knochenheilung führt und zudem das Risiko von Gelenkversteifungen reduziert (Laster et al. 2008).

Im Rahmen der sekundären Frakturheilung erprobt man derzeit das Prinzip der „reverse dynamization“ oder auch „inverse dynamization“, welches auf eine flexible Fixierung im Anfangsstadium und eine starre Fixierung im Endstadium der Frakturbehandlung abzielt. Ziel ist es, abhängig vom Heilungszustand die Steifigkeit der NiTi-Osteosyntheseplatten nichtoperativ erhöhen zu können. Hierbei wird der temperaturabhängige Einweg-Effekt der NiTi-Legierungen angewendet. Die verformten martensitischen Osteosyntheseplatten werden am Knochen angebracht. Im Verlauf der Frakturheilung werden sie durch transkutane elektromagnetische Induktionserhitzung erhitzt und folglich in den austenitischen Zustand überführt, verformt und versteift. Die Frakturheilung zeigte bei dieser Therapie radiologisch und makroskopisch gute Ergebnisse (Decker et al. 2015; Müller et al. 2015).

NiTi- Gedächtnislegierungen kommen zudem bei Spinalkanalstenosen in Form von interspinösen Platzhaltern (Spacer) zum Einsatz (Petrini et al. 2005). Reichen bei Spinalkanalstenosen konservative Therapien, wie die medikamentöse Schmerzbehandlung oder Krankengymnastik zur Behandlung von Schmerzen, Lähmungen oder Parästhesien nicht mehr aus, so kommt es meist zur operativen Erweiterung des Rückenmarkkanals. Alternativ oder zusätzlich können Spacer zwischen den Dornfortsätzen eingesetzt werden, um eine Distraction der betroffenen Interspinalräume zu erzielen. Die alleinige Verwendung von Spacern umgeht eine risikoreiche Freilegung des Rückenmarks und stellt ein komplikationsärmeres Verfahren dar (Phan et al. 2016).

1.5.2 Anwendung in der Zahnmedizin

Nickel-Titan Legierungen kommen seit etwa 20 Jahren im Rahmen von Wurzelkanalaufbereitung zum Einsatz (Weber 2010). Im Gegensatz zu den üblichen Stahl-Handinstrumenten weisen die NiTi-Feilen ein superelastisches Verhalten, eine gute Biokompatibilität und zudem eine gute Korrosionsbeständigkeit auf. Der wesentliche Vorteil der NiTi-Systeme liegt in deren hoher Flexibilität. Stark gekrümmte und /oder enge Kanäle können durch die hohe Flexibilität effizient und schnell aufbereitet werden. Die große Anpassung an die Kanalanatomie, sowie das Memory Verhalten, reduzieren zudem die Gefahr von Kanalperforationen, Kanalverlegungen oder Stufenbildungen (Piao et al. 2014).

Das größte Problem der NiTi-Systeme stellt das relativ hohe Frakturrisiko dar. Dabei unterscheidet man zwischen der zyklischen Ermüdungsfraktur und der Torsionsfraktur. Zyklische Ermüdungsfrakturen treten in stark gekrümmten Kanälen auf. Bei der Kanalaufbereitung kommt es innerhalb der Feilen zu Druck- und Zugbelastungszonen, welche eine lokale Versprödung hervorrufen und folglich zu einer Materialermüdung führen (Piao et al. 2014). Ein großer Krümmungsradius, eine kurze Bogenlänge sowie eine starke Krümmung am Ende des Kanals erhöhen das Risiko von Ermüdungsbrüchen (Chi et al. 2017; Lopes et al. 2013). Falsche Handhabungen wie häufige Sterilisationen, Rotation an einer Stelle oder ein Arbeiten im zu trockenen Kanal können die Bruchgefahr zusätzlich erhöhen (Piao et al. 2014). Torsionsfrakturen treten dagegen durch einen starken Anstieg des Reibungswiderstandes auf, welcher auf eine Verklemmung des unteren Feilenanteils zusammen mit einer fortwährenden Rotation des oberen Feilenanteils zurückzuführen ist (Piao et al. 2014).

Um Instrumentenfrakturen und Kanalverlagerungen durch rotierende NiTi-Feilen zu vermeiden, muss vor deren Anwendung im Kanal ein sog. Gleitpfad (engl. Glide Path) geschaffen werden (Ha et al. 2015). Der Gleitpfad beinhaltet eine anfängliche Erweiterung des Kanals mit Handinstrumenten bis zu einer ISO Größe von 15 auf gesamter Arbeitslänge. Eine häufige Aufbereitungsmethode der NiTi-Systeme stellt die Single Length Technik dar. Nach Verifizierung der Arbeitslänge mittels Röntgenbild oder Endometrie wird der Kanal mit ansteigenden Feilendurchmessern stets mit der gleichen Länge aufbereitet. Die Feilen müssen rotierend, in den mit Spülflüssigkeit gefluteten Kanal und mit moderatem Druck eingeführt werden, um Instrumentenfrakturen zu vermeiden (Weber 2010).

Die Kanalaufbereitung geschieht mit rotierenden drehmomentbegrenzten Winkelstücken. Diese Drehmomentbegrenzung unterbricht die Rotation, wenn der Reibungswiderstand einen Schwellenwert unter der Materialbruchgrenze erreicht. Während handelsübliche Handfeilen eine Konizität von 2% aufweisen, variieren die Konizitäten der NiTi-Systeme zwischen 2%-9% (Weber 2010). Derzeit unterscheiden sich die verschiedenen NiTi-Feilen in deren Feilen-Grundquerschnitt und deren unterschiedlichen Konizitäten. Weiterentwicklungen stellen zum Beispiel das Reciproc-System (VDW München, Deutschland) oder WaveOne (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Schweiz) dar. Die Kanalaufbereitung wird dabei mit einer einzigen NiTi-Feile durchgeführt. Die Feile rotiert im und gegen den Uhrzeigersinn (Schnitttrichtung) (Dagna et al. 2014).

1.5.3 Anwendung in der Kieferorthopädie

Nickel-Titan Legierungen weisen ein weites Anwendungsspektrum in der Kieferorthopädie auf, wobei sie ihre häufigste klinische Anwendung in Form von Bögen bei den Multiband-Bracket-Apparaturen (feste Zahnsperre) haben. Die Apparatur kommt zum Einsatz, wenn aufgrund von ausgeprägten Zahnfehlstellungen und Malokklusion körperliche Bewegungen der Zähne vorgenommen werden müssen. Neben einer großen Anzahl an Bracket-Systemen, wie beispielsweise Speed-Brackets, Keramik Brackets oder konventionellen Brackets, hat der Behandler zudem die Wahl zwischen verschiedenen Bogenmaterialien, wie z.B. Stahl, Titan-Molybdän oder Nickel-Titan. Während der Nivellierungsphase stellen die superelastischen NiTi-Bögen eine probate Alternative zu den konventionellen Stahlbögen dar (Alzahawi et al. 2014). Stahlbögen lassen sich einerseits gut verbiegen, ermüden andererseits jedoch schnell und führen somit zu einem schnellen Kraftverfall, verbunden mit häufigen Nachaktivierungen. Des Weiteren zeigen Stahldrähte in der Nivellierungsphase zu hohe Kraftentwicklungen, welche sich negativ auf das Parodontium auswirken können.

Bei den superelastischen Bögen nutzt man das horizontale Kraftplateau der Entlastungskurve des Kraft-Weg-Diagramms, um kleine und konstante Kräfte über langweilige Behandlungsstrecken zu erhalten. Aufgrund der geringen Kräfte kommt es seltener zu Wurzelresorptionen, als mit vergleichbaren Stahlbögen (Sander et al. 2011). Die vom superelastischen Bogen aufgebrachte Kraft muss dabei groß genug sein, um einerseits den reibungsbedingten Kraftverlust am Bracket zu überwinden und andererseits eine Zahnbewegung durchführen zu können. Folglich optimieren die Hersteller die Oberflächenbeschaffenheit durch Polituren, wie z.B. Titanol Low Force (Forestadent, Pforzheim, Deutschland) und/oder durch Ionenimplantationen, wie z.B. NeoSent alloy F80 longuard (GAC, New York, USA), um eine möglichst ideale Kraftausschöpfung zu erreichen (Wichelhaus et al. 2005). Eine Weiterentwicklung der Bögen stellen die sog. Multiforce Bögen dar. Innerhalb des Bogens sind zwei oder drei verschiedene Kraftzonen einprogrammiert, wie beispielsweise der DuoForce (Forestadent), Titanol® Triple Force (Forestadent) oder der TRIO FORCE (RMO, Denver, USA). Diese Kraftabstufungen sollen eine biologisch angemessene Belastung der Zähne, abhängig von ihrer Wurzeloberfläche, gewährleisten (Sander et al. 2011).

Am Anfang der Multibandbehandlung können zusätzlich rotierte Eckzähne und/oder Prämolaren mit Hilfe von superelastischen Derotationsfedern physiologisch eingeordnet werden. Der kurze Schenkel der L-förmigen Derotationsfeder wird hierfür in einen Hilfsslot

am Bracket des rotierten Zahnes angebracht. Der lange Schenkel der Derotationsfeder wird an den Hilfsslots der Molaren befestigt (Ludwig et al. 2009). Bei rotieren Prämolaren und Eckzähnen kann so eine Rotation von bis zu 80° , mit einem Drehmoment von 6 Nmm erreicht werden (Sander et al. 2011).

Des Weiteren werden im Rahmen einer Angle Klasse II (Überbiss) superelastische Zugfedern (englisch: closed-coil springs) an den Brackets befestigt um eine Distalisierung der Eckzähne und einen zusätzlichen Lückenschluss zu erzielen (Brauchli et al. 2011b). Um eine adäquate körperliche Eckzahn-Bewegung zu erreichen, werden dabei konstante Kräfte im Bereich von 1-2 N aufgebracht. Im Gegensatz zu den NiTi-Federn, muss bei konventionellen Stahlfedern häufiger nachaktiviert werden, was zu einer Verlängerung der Therapie führen kann (Wichelhaus et al. 2010). Gegensätzliche Effekte werden mit NiTi-Druckfedern (englisch: open-coil springs) erzielt. Sie bezwecken, anders als die closed-coil springs, eine expandierende Wirkung mit der sie Lückenöffnungen oder Molaren Distalisierungen durchführen (Brauchli et al. 2011b).

Beim Verlust eines unteren Prämolaren oder Molars kommt es häufig zu einer Kippung des benachbarten Molars zur Extraktionslücke hin. Diese unphysiologische, nicht achsengerechten Belastung des Zahnes, kann zu einer okklusalen oder parodontalen Traumatisierung führen (Drescher et al. 1992; Roberts et al. 1982). Ein probates Mittel zur Aufrichtung und Intrusion gekippter Molaren stellt die NiTi-SE-Stahl-Aufrichtefeder dar (Wichelhaus und Sander 1995a). Im Gegensatz zu konventionellen Behandlungsmöglichkeiten wie Druckfedern oder Stahl-Aufrichtefedern, haben die NiTi-SE-Stahl-Aufrichtefedern den bedeutenden Vorteil, dass eine extrudierende Kraft auf den Molar vermieden wird (Roberts et al. 1982) (Wichelhaus und Sander 1995a). Sie vereinigt eine Stahlkomponente, welche durch eine Klemmverbindung mit einer superelastischen NiTi-Komponente verbunden ist. Der Stahlanteil wird in einem Kreuzröhrchen zwischen Eckzahn und Prämolare fixiert und der SE-NiTi-Anteil wird durch ein Molarenröhrchen geführt. Das superelastische NiTi-Material sorgt für eine konstante Kraft- und Drehmomentabgabe im Bereich von 8-15 Nmm. In den Stahlanteil wird eine sog. α -Biegung eingebracht, welche eine intrudierende Kraft von 0,5-1N bewirkt (Sander et al. 2011). Wünscht man eine aufrichtende und intrudierende Kraft auf den Zahn, so muss die α -Biegung des Drahtes größer als der Kippungswinkel des Molars gewählt werden. Soll im Gegenzug der Molar aufgerichtet und extrudiert werden, so muss die α -Biegung kleiner als der Kippungswinkel modifiziert werden. Eine Verlängerung des superelastischen Drahtes führt zu einer Verkleinerung der

intrudierenden Kräfte. Der große Aktivierungsbereich des superelastischen Materials führt auch zu seltenen/keinen Nachaktivierungen (Sander et al. 2011).

Der NiTi-SE-Stahl-Torque Segmentbogen (TSB) wird eingesetzt, um Frontzähne mit moderaten Kräften um deren Querachse zu schwenken (Torque) (Wichelhaus und Eichenberg 2013). Ursprünglich wurde dies über rechteckige Stahldrähte verwirklicht. Diese offenbarten jedoch bereits bei geringen Torque-Übertragungen Wurzelresorptionen. Das entstehende Moment ist dabei abhängig von der vierten Potenz der Kantenlänge. Der TSB besitzt im Frontzahnbereich einen superelastischen NiTi Drahtanteil mit einem Torque von 30° (Straight wire Technik) bzw. 45° (Edgwiese-Technik). Im Seitenzahnbereich besteht der TSB aus einem Stahl-Teilbogen mit einem Torque von 0°. Der Seitenzahnbereich kann mit Biegungen erster, zweiter und dritter Ordnung angepasst werden. Der superelastische Anteil erstreckt sich hierbei bis zum distalen Bereich der seitlichen Schneidezähne und ist anschließend mit einer Klemmverbindung mit dem Stahlanteil verbunden (Wichelhaus und Sander 1995b). Als ein Hilfsmittel zur Überprüfung der Neigung der Frontzähne dient der sogenannte Torqueschlüssel, welcher während der Behandlung zusätzliche Fernröntgenseitenbild-Aufnahmen limitiert (Sander et al. 2011). In der Retraktionsphase kommt der Compound-Retraktionsbogen als Weiterführung des Torquesegmentbogens zur körperlichen Rückstellung der Frontzähne zur Anwendung. Dieser besteht aus einem vorgetorqueten, superelastischen Vierkantdraht im Frontzahnbereich, welcher über Quetschteile mit Vierkant-Stahlanteilen im Seitenzahnbereich verbunden ist. Zusätzlich befinden sich an den Quetschteilen Häkchen, an denen zusätzlich SE Federn eingehängt werden können, um eine weitere Retraktion zu bewirken. Die Häkchen liegen distal der seitlichen Schneidezähne (Sander et al. 2011).

2. Problemstellung und Zielsetzung

2.1 Formprogrammierung der NiTi-FGL durch Temperaturbehandlung

Eine Formprogrammierung von NiTi-FGL kann über eine Wärmebehandlung im Ofen oder über den Memory -Maker (Forestadent, Pforzheim, Deutschland) nach Prof. Dr. Sander erfolgen. Um bei der Wärmebehandlung im Ofen eine Verformung hervorzurufen, bedarf es einer wärmeleitenden Grundform, die den Draht in die gewünschte Form bringt. Am Memory-Maker befinden sich zwei Elektroden, die durch Stromkabel mit einer Zange verbunden sind. Im Gegensatz zu der segmentweisen Erhitzung zwischen den Zangen bei der Nutzung des Memory Makers kommt es bei der in dieser Arbeit durchgeführten Ofenbehandlung zu einer gleichmäßigen Erwärmung über den gesamten Draht. Am Memory-Maker kann zwischen einem Dauergleichstrom und einem Pulsstrom gewählt werden. Die Stromstärke ist bis 20 A und die Pulsfrequenz des Pulsstroms zwischen 0,2 Hz und 20 Hz wählbar. Zum Einprogrammieren der Drähte gibt der Hersteller einen anzustrebenden Arbeitsbereich von 400-600°C an. Da keine Temperaturkontrolle gegeben ist, verweist der Hersteller bei der Formprogrammierung auf die goldgelbe Färbung des Drahtes. Eine Blaufärbung des Drahtes deutet auf eine Überhitzung und somit Verlust seiner mechanischen Eigenschaften hin. Richtwerte zur Geräteeinstellung werden standardmäßig abhängig vom Bogendurchmesser und vom des zu programmierenden Drahtabschnittes vom Hersteller angegeben (Tabelle 2). Ferner ist zu beachten, dass Störgrößen während der Nutzung des Memory-Makers nur indirekte Beachtung finden. So ist bei ein und derselben Einstellung des Gerätes bei geöffneten Fenstern im Sommer mit bewegter Luft ein höherer Wärmeverlust durch Konvektion zu erwarten.

Tabelle 2: Herstellerangaben zur Bedienung des Memory-Makers.

Drahtbogen [Inch]	Stromstärke bei Konstant-Strom-Betrieb	Stromstärke bei Puls-Strom-Betrieb
Ø.014	3A	4A
Ø.016	3A	4A
Ø.018	5A	7A
.016 x .016	3 - 4A	4 - 5,5A
.016 x .022	4 - 5A	5,5 - 7A
.017 x .025	5 - 6A	7 - 8A
.018 x .025	6 - 7A	8 - 9,5A

2.2 Problemstellung

Werden kieferorthopädische Drähte mit dem Memory-Maker programmiert, kommt es zu einer segmentweisen Programmierung zwischen den Elektroden. Es kommt einerseits zu einer Formveränderung und andererseits zu einer Kraftveränderung innerhalb des Drahtes. So konnte in einem Temperaturbereich zwischen 500°C- 600°C ein Kraftabfall und bereits ab 600°C ein Verlust der superelastischen Eigenschaften festgestellt werden (Miura et al. 1986).

Die Schwierigkeit der Programmierung stellt einerseits die schlechte Temperaturkontrolle des Memory-Makers und andererseits die schlechte vorhersagbare bleibende Verformung des Drahtes dar. Die Erwärmung hängt zum einen von der Größe und der Dauer des Stromflusses und zum anderen von der Länge des geglühten Drahtsegments ab. Zu lange Expositionsdauern äußern sich in einer Blaufärbung des Drahtes. Der Draht zeigt dann, laut Herstellerangaben, keine superelastischen Eigenschaften mehr und ist folglich nicht mehr zweckgemäß verwendbar. Der geglühte Abschnitt zwischen den Zangen weist zudem keine einheitlichen Temperaturen auf und zeigt daher kein einheitliches Umwandlungsverhalten (z.B. Superelastizität).

Erhitzt man einen Draht im Ofen so benötigt man eine Schablone, um eine Form einprogrammieren zu können. Die Temperatur im Ofen lässt sich über eine Temperaturanzeige nachvollziehen. Welche Temperatur und Expositionsdauer benötigt werden, um eine gewünschte Formgebung zu erzielen, kann nicht exakt vorhergesagt werden. Es ist daher wünschenswert zu belegen, welchen Einfluss die Dauer der Erwärmung, sowie die Höhe Temperatur auf die bleibende Verformung der Drähte hat. Somit kann eine Orientierung geschaffen werden, um Schädigungen der Mikrostruktur, Erhöhungen der Korrosivität, sowie starke Veränderung der mechanischen Eigenschaften zu vermeiden.

2.3 Zielsetzung

Ziel dieser Studie war es, NiTi-Drähten durch Variationen der Glühdauern und Glühtemperaturen eine vorgegebene Form thermomechanisch einzuprogrammieren. Dabei sollten die Zusammenhänge zwischen vollständiger Formannahme, Glühdauer und Glühtemperatur erörtert werden. Zusätzlich wurden die Einflüsse der thermomechanischen Formanpassung auf die Materialeigenschaften mit Hilfe des 3-Punkt-Biegeversuchs untersucht. Ziel war es, den idealen Draht zu identifizieren, welcher sich zuverlässig in seiner Form umprogrammieren lässt und zudem seine Materialeigenschaften weitestgehend beibehält. Dies geschah vor dem Hintergrund, dass es keine effektive Kontrollmethode bei der direkten Erhitzung mittels Joulscher Wärme (Stromfluss) und somit bei der Formprogrammierung der superelastischen Drähte gibt. Der thermische Einfluss auf den Draht hängt derzeit stark von der Erfahrung des Anwenders ab. Es existieren keine drahtspezifischen Herstellerangaben, welche die Programmierung erleichtern könnten. In Hinblick auf die Überhitzung, gehen die superelastischen Eigenschaften der Drähte verloren. Langfristig soll diese Studie eine Erleichterung bei der Formprogrammierung bringen und eine mögliche Grundlage zur Weiterentwicklung des Memory-Makers bieten.

3. Material und Methodik

In der vorliegenden Studie wurden NiTi-Drähte einer formgebenden Wärmebehandlung im Ofen unterzogen um die werkstoffseitigen Auswirkungen einer thermischen Behandlung, wie sie z.B. mittels Memory-Maker in der klinischen Anwendung vorkommt, zu simulieren.

Anschließend erfolgten Messungen an den Bögen, bei denen einerseits die Formadaptation (=Ausmaß der entstandenen Biegung) erfasst und andererseits die Materialeigenschaften untersucht wurden. Während die Formadaptation rein geometrisch bestimmt wurde, wurden die Veränderungen der mechanischen Eigenschaften mit Hilfe des 3-Punkt-Biegeversuchs ermittelt.

3.1 Probenübersicht

Gegenstand der vorliegenden Versuchsreihen waren 14 vorgeformte, superelastische NiTi-Bögen mit einer rechteckigen Dimension von 0.018 x 0.025 Inch (0,457 mm x 0,635 mm). Die Auswahl der Drahthersteller erfolgte dabei rein zufällig. Tabelle 3 fasst die untersuchten Bögen zusammen. Sie enthält zusätzlich Angaben über Hersteller, Produktname, Referenznummern und die von uns erstellten Abkürzungen.

Tabelle 3: Verwendete Bögen sowie deren Hersteller und Referenznummern.

Hersteller	Produktname	Referenznummer	Abkürzung
American Orthodontics	Nickel-Titanium	REF 857-7451	AO-NiTi
Dentaurum	Equire Thermo-Active	REF 766-815-00	Dent-ETA
	rematitan "Lite "	REF 766-077-00	Dent-rema
	Tensic	REF 766-717-00	Dent-Tensic
Forestadent	Titanol-Budget	REF 206-2146	FD-TiBu
	Titanol Low Force	REF 280-2145	FD-TiLF
	Titanol Superelastic	REF 204-2146	FD-TiSe
GAC	Neo Sentalloy	REF 02-526-652	GAC-NS1
	Neo Sentalloy	REF 02-523-653	GAC-NS2
Ormco	Align SE200 LM NiTi	REF 227-3116	Ormco-ASE
RMO	FLI CuNiTi ²⁷	REF WCN 7837	RMO-FLI27
	FLI CuNiTi ³⁵	REF WCN 7856	RMO-FLI35
3M Unitek	Nitinol Classic	REF 4297-714	3M-NC
	Nitinol Super Elastic	REF 4297-814	3M-NSE

3.2 Herstellung der Proben

Vorbereitend wurden die ca. 50 mm geraden Anteile der superelastischen Bögen mit einer Zange abgetrennt und für die Wärmebehandlungsversuche in das in der Abbildung 8 dargestellte Werkzeug eingelegt. Zur Formgebung wurden 30 mm x 30 mm x 5 mm große Messingblöcke hergestellt. In einer Pantograph Graviermaschine der Firma Kuhlmann wurden in jeden Messingblock jeweils drei U-förmige Rillen gefräst. Ziel hierbei war es, möglichst lange parallele Schenkel zu erhalten. Die Länge der geraden U-Schenkel betrug ca. 20 mm, der Abstand zweier Schenkel belief sich auf ca. 6 mm. Die Tiefe der Gravur betrug 4 mm, um ein Herausspringen der superelastischen Drähte zu verhindern. Der Radius des Bogens belief sich auf 2 mm.

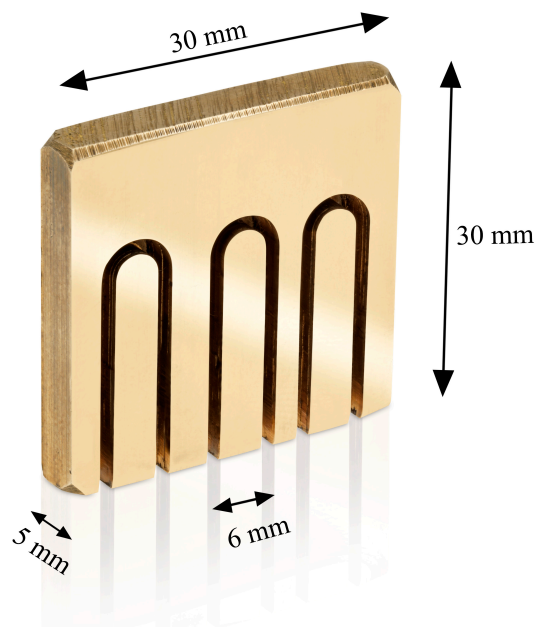


Abbildung 8: Messingblock mit gefräster U-Nut für die Drahtformgebung.

3.3 Heizen mit dem Dentalkeramikofen Austromat D4 von DEKEMA

Konstante Temperaturen gewährleistete der Keramik Pressofen AUSTROMAT D4 „oral design“ des Herstellers DEKEMA (Dental-Keramiköfen GmbH, Freilassing, Deutschland) und kam deshalb zur Anwendung (Abbildung 9).



Abbildung 9: Keramik Pressofen Austromat D4 von DEKEMA.

Der Sollwert der Glühtemperatur des Ofens war gemäß den Herstellerangaben zwischen 100°C und 1200°C frei wählbar und ließ sich in 1°C -Schritten variieren. Der Hersteller gab zudem die Temperaturstabilität seines Ofens mit $\pm 1^\circ\text{C}$ an. Nach Erreichen der eingestellten Glühtemperatur öffnete sich der Ofen automatisch und der Messingblock konnte mit den eingespannten Drahtproben auf dem im Ofen befindlichen Schamottestein gelegt werden. Der Ofen schloss sich durch die Betätigung der Start-Taste. Die Wärmebehandlung wurde mit einer Dauer von einer, fünf oder zehn Minuten durchgeführt. Geprüft wurden die Drähte zwischen 250°C und 800°C, wobei die Temperatur in 50°C Schritten erhöht wurde. Für jede Temperatur-Glühdauer-Kombination wurden jeweils sechs Drahtproben geprüft. Tabelle 4 zeigt eine Übersicht über die durchgeführten Versuchsparameter des Winkelversuchs, sowie des anschließend durchgeführten 3-Punkt-Biegeversuchs. Nach Durchführung der Wärmebehandlung kühlten die Werkzeuge samt Proben an der Luft ab, und die Drähte wurden anschließend entnommen.

Tabelle 4: Versuchsparameter des Winkel- und 3-Punkt-Biegeversuchs.

Hersteller HS- Versuchsnummer	Glühtemperatur [°C]	Glühdauer [min]	Anzahl Winkelversuch	Anzahl 3-Punkt- Biegeversuch
HS- 250- 1	250	1	6	4
HS- 250- 5	250	5	6	4
HS- 250- 10	250	10	6	4
HS- 300- 1	300	1	6	4
HS- 300- 5	300	5	6	4
HS- 300- 10	300	10	6	4
HS- 350- 1	350	1	6	4
HS- 350- 5	350	5	6	4
HS- 350- 10	350	10	6	4
HS- 400- 1	400	1	6	4
HS- 400- 5	400	5	6	4
HS- 400- 10	400	10	6	4
HS- 450- 1	450	1	6	4
HS- 450- 5	450	5	6	4
HS- 450- 10	450	10	6	4
HS- 500- 1	500	1	6	4
HS- 500- 5	500	5	6	4
HS- 500- 10	500	10	6	4
HS- 550- 1	550	1	6	4
HS- 550- 5	550	5	6	4
HS- 550- 10	550	10	6	4
HS- 600- 1	600	1	6	4
HS- 600- 5	600	5	6	4
HS- 600- 10	600	10	6	4
HS- 650- 1	650	1	6	4
HS- 650- 5	650	5	6	4
HS- 650- 10	650	10	6	4
HS- 700- 1	700	1	6	4
HS- 700- 5	700	5	6	4
HS- 700- 10	700	10	6	4
HS- 750- 1	750	1	6	4
HS- 750- 5	750	5	6	4
HS- 750- 10	750	10	6	4
HS- 800- 1	800	1	6	4
HS- 800- 5	800	5	6	4
HS- 800- 10	800	10	6	4

3.4 Optisches Scannen und Quantifizierung der Form mit Image J

Die Drahtproben wurden nach der Wärmebehandlung mit ihrer dazugehörigen Kennzeichnung, wie Glühdauer und Glühtemperatur im Scanner HP Officejet 4500 G510n-z (Hewlett-Packard Development Company, Houston, Texas, USA) optisch eingescannt, um die durch die Wärmebehandlung eingebrachte bleibende Verformung zu bestimmen. Laut Bedienungsanleitung wies der Scanner eine optische Auflösung von 2400 x 4800 PPI (Pixel Per Inch /Punkte pro Zoll) auf.

Die Proben wiesen nach der Wärmebehandlung eine plastische Verformung auf. Um das Ausmaß der Verformung zu ermitteln, wurden die Scans der Proben im Programm Image J geöffnet und der Winkel zwischen Schenkeln ermittelt. Bei Image J handelt es sich um ein in Java geschriebenes Bildbearbeitungs- und Bildverarbeitungsprogramm (Schneider et al. 2012). Im Rahmen von wissenschaftlichen Arbeiten kommt es zum Vermessen von Strukturen zur Anwendung (Dabner et al. 2010). In dieser Studie wurde lediglich das Werkzeug zur Winkelmessung und Bildvergrößerung verwendet (Abbildung 10). Hierfür reichte es aus einen Fixpunkt auf jedem der Schenkel festzulegen und mit Hilfe eines Fadenkreuzes die Drahtschenkel und die Schenkel des Winkelmessinstruments zur Deckung zu bringen. Den gemessenen Innenwinkel zeigte Image J in seinem Programmfenster an.

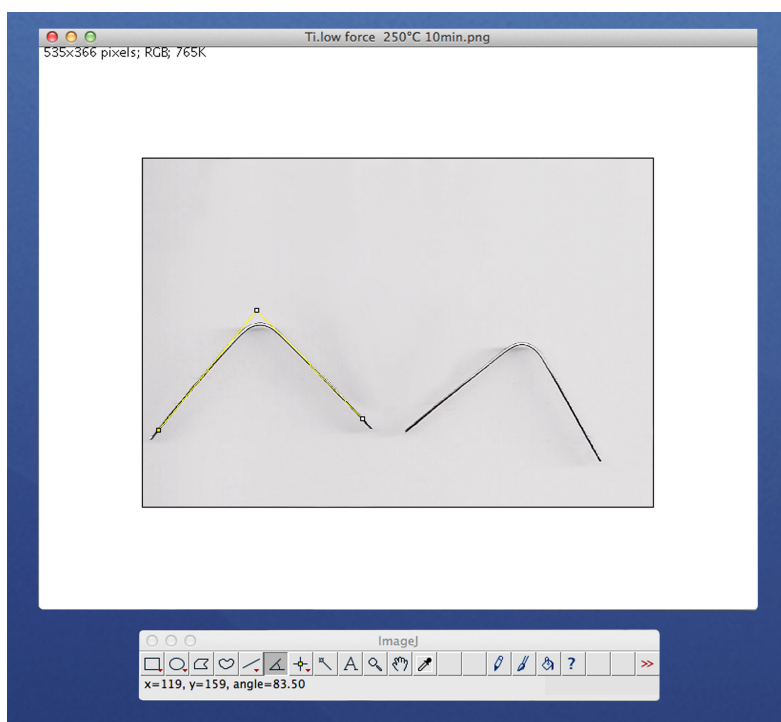


Abbildung 10: Winkelmessung des Drahtes mittels Image J

3.5 Bestimmung der Drahtdimension

Die im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Proben wurden mit Hilfe des 3-Punkt-Biegeversuchs hinsichtlich ihrer Werkstoffeigenschaften untersucht. Bei der Messung der Prüfkraft bei der 3-Punkt-Biegung stellte die probenseitige Querschnittsfläche bzw. das zugehörige Flächenträgheitsmoment I_y einen entscheidenden Faktor dar. Die gemessene Kraft F_{el} hängt dabei direkt proportional von den Materialkonstanten wie dem E-Modul E und dem Flächenträgheitsmoment I_y ab und berechnet sich gemäß der folgenden Gleichung 1:

$$F_{el} = \frac{48 \times E \times f_{el} \times I_y}{L_s^3} \quad (\text{Gleichung 1})$$

F_{el} = gemessene Prüfkraft [F_{el}] = N

E = E-Modul [E] = N/mm²

L_s = Abstand der Auflagen im 3-Punkt-Biegeversuch, Stützweite [L_s] = mm

f_{el} = elastische Durchbiegung der Probenmitte [f_{el}] = mm

I_y = Flächenträgheitsmoment des Probenquerschnittes [I_y] = mm⁴

Das in der mathematischen Berechnung der Prüfkraft F_{el} zugrundeliegende Flächenträgheitsmoment gibt Aufschluss darüber, wie groß der Widerstand einer rechteckigen Probe gegenüber einer auf ihn einwirkenden Verformung ist. Wird eine rechteckige Probe mit einer Probenhöhe h und einer Probenbreite b im Bereich ihres Schwerpunktes S in y -Richtung belastet (Abbildung 11), so setzt sich das Flächenträgheitsmoment wie in Gleichung 2 gezeigt zusammen (Richard und Sander 2008):

$$I_y = \frac{b \times h^3}{12} \quad (\text{Gleichung 2})$$

I_y = Flächenträgheitsmoment des Probenquerschnittes [I_y] = mm⁴

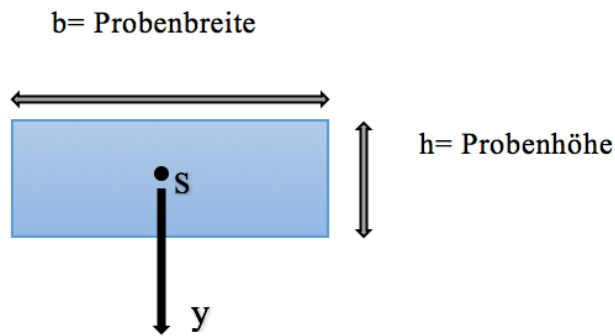


Abbildung 11: Belastung einer rechteckigen Probe im Schwerpunkt (Richard und Sander 2008)

Um im Rahmen des 3-Punkt-Biegeversuchs verlässliche Daten zu erhalten, wurden in der vorliegenden Studie daher nicht die herstellerseitigen Dimensionsangaben verwendet, sondern die Dimensionen für jeden Draht individuell bestimmt. Zur Ermittlung der Probenhöhe h und Probenbreite b wurde jeder Draht mit einem LED Lichtband-Mikrometer (Keyence Corporation, Osaka, Japan) vermessen. Dieses setzte sich aus einem Emitter LS-7030T und Empfänger LS-7030R zusammen, siehe Abbildung 12. Der Emitter bestand aus einer grünen GaN (Galliumnitrid) Leuchtdiode, deren Licht mit Hilfe einer Linse zu einem gleichförmigen, parallelen Lichtstrahl gebündelt wurde.

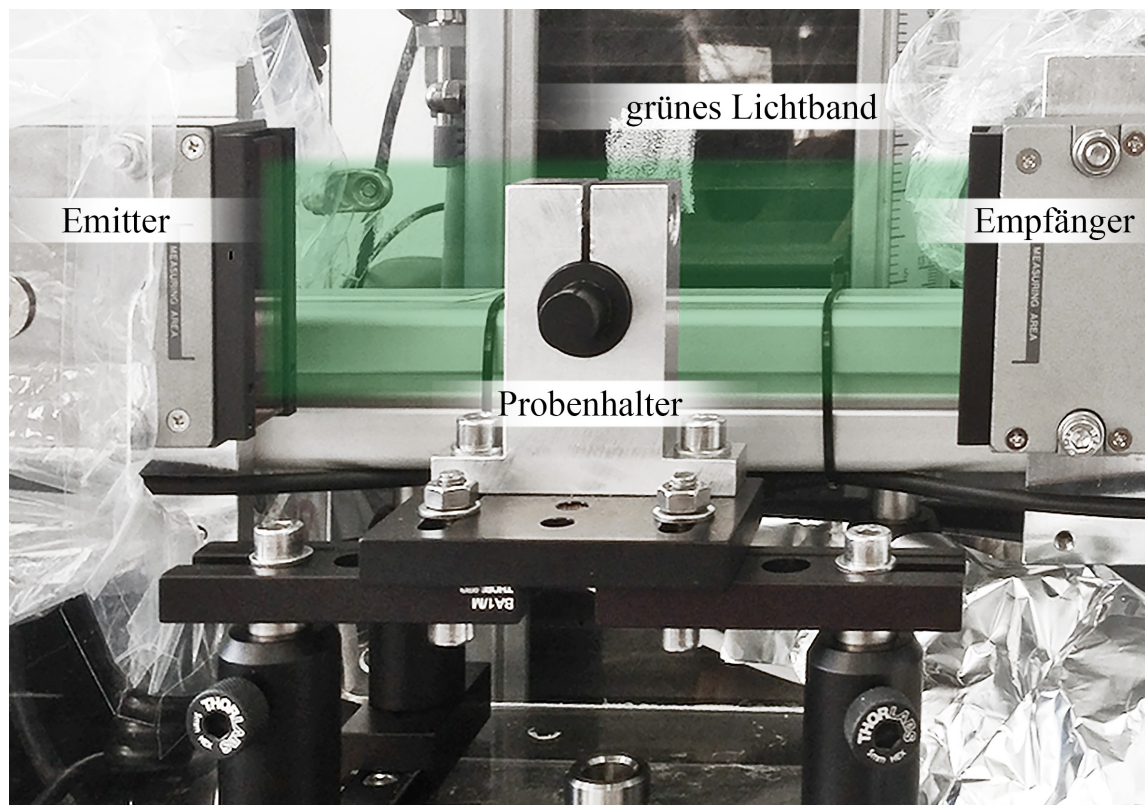


Abbildung 12: Darstellung des verwendeten LED Lichtbandmikrometers.

Der im Empfänger befindliche lichtempfindliche Sensor detektierte beruhend auf dem Schattenwurfprinzip die Maße der Drahtprobe (Abbildung 13). Der Hersteller gab den Messkopfes-Messbereich von 0,3 bis 30 mm an, wobei die Messgenauigkeit $\pm 2 \mu\text{m}$ betrug.

Jede Drahtprobe wurde mittig in den schwarzen Probenhalter (Abbildung 12) eingeklemmt und senkrecht in das Lichtband zwischen Sender und Empfänger eingebracht. Überprüft wurde die senkrechte Ausrichtung der Probe mit Hilfe eines Haarwinkels. Aufgrund des Schattenwurfprinzips, würde ein schräges Einführen der Probe, wie die Abbildung 13 schematisch zeigt, zu einer fehlerhaften Messung führen. Um alle gewünschten Maße der Drahtprobe zu erfassen, wurde die Probe im Lichtband um ihre eigene Achse gedreht. Das Gerät detektierte bei jeder Umdrehung jeweils die maximal (=Probendiagonale) und minimal (=Probenhöhe) auftretenden Werte.

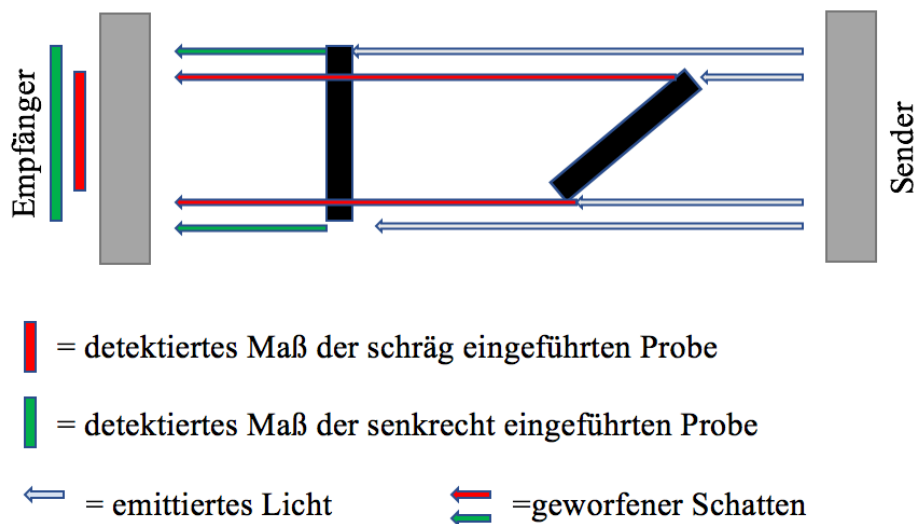


Abbildung 13: Schematische Darstellung des Schattenwurfprinzips.

Mit Hilfe der Maximum- und Minimumhaltefunktion und eines integrierten Algorithmus des Steuergeräts LS-7001 konnte die Breite nach der folgenden Gleichung (3) abgelesen werden:

$$\text{Breite } b = \sqrt{(\max^2 - \min^2)} \quad (3)$$

\min = kleinster gemessener Wert jeder Umdrehung (Probenhöhe) [\min] = mm

\max = größter gemessener Wert einer Umdrehung (Probendiagonale) [\max] = mm

Jede Probe wurde zweimal vermessen und der daraus entstandene Mittelwert auf die dritte Dezimalstelle gerundet notiert. Die mittels LED-Lichtbandmikrometer ermittelten Probenmaße wurden anschließend individuell im Protokoll des 3-Punkt-Biegeversuchs eingegeben.

3.6 Drei-Punkt-Biegeversuch zur Bestimmung des Kraft-Verformungsverhaltens

Die Prüfungen der kieferorthopädischen Drähte wurden gemäß der DIN EN ISO 15841: 2013 (Deutsches Institut für Normung (DIN) 2013) durchgeführt. Die DIN-Norm unterteilt die kieferorthopädischen Drähte in Typ 1 und Typ 2. Die untersuchten Proben gehörten dem Typ 2 an, welche bei Temperaturen bis 50°C ein nichtlinear-elastisches Verhalten der Entlastungskurve aufweisen. Die mechanischen Drahteigenschaften wurden mit dem 3-Punkt-Biegeversuch mit Hilfe der Materialprüfmaschine Zwick Roell Z5.0 (Zwick Roell, Ulm, Deutschland), zusammen mit der Prüfsoftware TestXpert II bestimmt (Abbildung 14).

Zur Ermittlung des Kraft-Verformungsverhaltens wurden von jeder Probengruppe (Heiztemperatur/Heizdauer) jeweils vier Proben untersucht, vgl. Tabelle 4 mit Übersicht der Versuchsparameter. Neben diesen wärmebehandelten Drähten wurden von jedem Produkt zusätzlich zwei unbehandelte Drähte getestet. Die für jeden einzelnen Draht mittels Lichtbandmikrometer bestimmten Probendimensionen wurden vor jeder Messung ins Prüfprotokoll eingegeben und die passende Prüfvorschrift geladen.



Abbildung 14: Installation des 3-Punkt-Biegeversuchs.

Vor dem Messbeginn wurde die Probe mit ihrer flachen Seite auf den zwei Stützauflagen positioniert (Abbildung 15). Der Abstand zwischen den beiden Auflagen betrug 10 mm. Die Druckfinne nahm ihren Start-Werkzeugabstand 10 mm oberhalb der Drahtprobe ein. Während der Messung führte diese zentral angeordnete Druckfinne mit einer Geschwindigkeit von 7,0 mm/min eine mittige Durchbiegung der Drahtprobe um 3,1 mm durch, gefolgt von einer Entlastung mit einer gleichbleibenden Geschwindigkeit. Jede einzelne Probe wurde auf diese Weise drei aufeinanderfolgenden Belastungs-/Entlastungszyklen unterzogen. Die Ausgabe der Messdaten erfolgte in Form von Excel Tabellen und Kraft-Verformungs-Diagrammen der Belastungs- und Entlastungskurven. Gemäß der DIN-Norm für Typ 2-Drähte wurden die Prüfungen bei konstanten Temperaturen von $36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ durchgeführt. Hierfür wurde die Prüfvorrichtung (Druckfinne und Stützauflagen) in einer Plexiglaskammer installiert und mit Hilfe eines Heizlüfters auf Temperatur gehalten (Abbildung 14). Der Temperaturfühler des Thermometers wurde unterhalb einer Auflage befestigt, siehe Abbildung 15. Zusätzlich wurde die Kammertemperatur mit dem digitalen Thermometer Domotherm Easy (Uebe Medical GmbH, Wertheim-Reicholzheim, Deutschland) verifiziert.

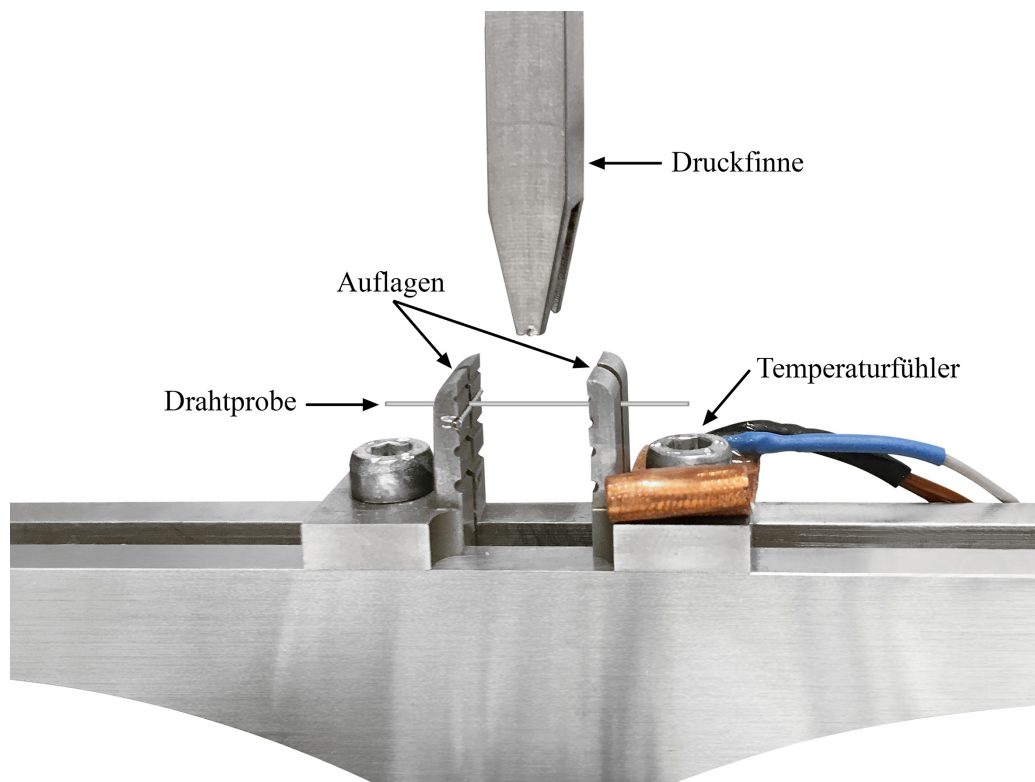


Abbildung 15: Positionierung einer Probe auf den Auflagen des 3-Punkt-Biegeversuchsaufbaus.

3.7 Datenauswertung

Durch die thermomechanische Behandlung wurden die ursprünglich geraden Drähte in ihrer Form „umprogrammiert“. Die beim Einlegen der Proben in das Werkstück vorliegenden mechanischen Spannungen, wurden durch das Glühen teilweise (=Probe nimmt die Form nicht vollständig an, Winkel $\ll 180^\circ$) oder bei höheren Temperaturen vollständig (=Probe nimmt die Form vollständig an, Winkel $\cong 180^\circ$) abgebaut. Erst die Kombination aus längeren Glühdauern und/oder höheren Glühtemperaturen führte folglich zum Abbau der inneren Spannungen und damit zu einer vollständigen Formannahme. Um die zunehmende Formannahme durch die Wärmebehandlung zu messen, wurde im Rahmen der Datenauswertung nicht der entstandene Innenwinkel α , sondern der Außenwinkel β verwendet (Abbildung 16). Der Außenwinkel konnte maximal 180° betragen und wurde über Formel: $\beta = 180^\circ - \alpha$ berechnet. Für jede Probengruppe (Glüh Temperatur/Glühdauer) wurde aus den sechs Proben der Mittelwert samt Standardabweichung rechnerisch ermittelt. Mit Hilfe des Excel-Programms wurden die Ergebnisse der Winkelmessung in Form von Glüh Temperatur [$^\circ\text{C}$]-Außenwinkel [$^\circ$]-Diagrammen grafisch dargestellt. Zudem wurde ein

sog. Temperatur -Arbeitsbereich definiert, in welchem eine vollständige Formannahme ($\beta = 180^\circ \pm 3^\circ$) des Drahtes, ohne Verlust der superelastischen Eigenschaften eintrat.

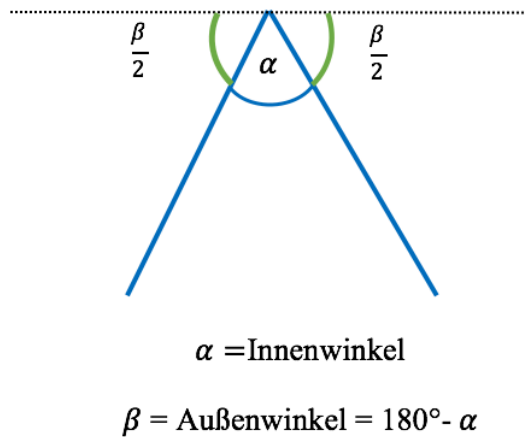


Abbildung 16: Schematische Darstellung des Außenwinkels.

Im durchgeführten 3-Punkt-Biegeversuch wurde jede Probe drei Prüfzyklen, bestehend aus dreimaligen Belasten bis zur Durchbiegung von 3,1 mm und nachfolgendem Entlasten unterzogen. Die Prüfsoftware TestXpert II erfasste die Parameter Prüfzeit t [s], Weg s [mm] und Kraft F [N] und stellte diese in Form von Excel Tabellen dar. Um die Proben untereinander vergleichen zu können, wurde die Kraft $F_{\text{bel.}}/F_{\text{entl.}}$ [N] des ersten Prüfzyklus bei einer Auslenkung $s = 1,5$ mm bei der Hin- und Rücklaufkurve in Abhängigkeit von den beiden Parametern Glüh Temperatur und -dauer dargestellt. Diese Datenpunkte wurden gewählt, da sie sich bei allen Herstellern im horizontalen Kraftplateau der Belastungs- und Entlastungskurve befanden (Abbildung 17). Der zweite und dritte Zyklus wurde jeweils nicht weiter analysiert, da sie sich häufig nur geringfügig vom ersten Zyklus unterschieden.

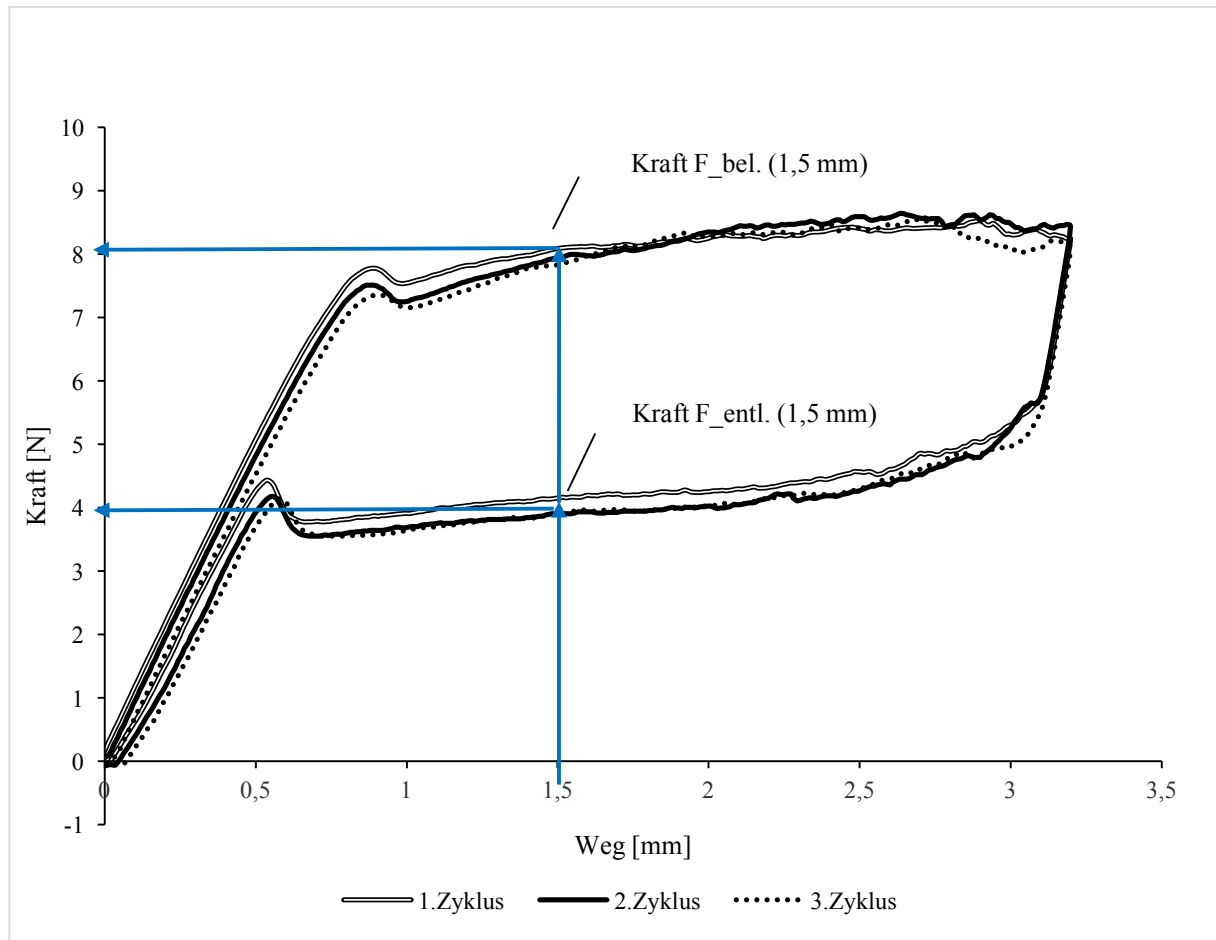


Abbildung 17: Drei Probezyklen eines Drahtes im Kraft-Weg-Diagramm mit $F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}} (1,5 \text{ mm})$.

Der Verlust der superelastischen Eigenschaften konnte anhand des x-Achsenschnittpunktes der Kurven im Kraft-Weg-Diagramm ausgewertet werden. Die Abbildung 18 zeigt die drei Prüfzyklen eines wärmebehandelten Drahtes, verbunden mit Verlust seiner superelastischen Eigenschaften. Kennzeichnend für diese Proben war das Ausbleiben des Zurückfederns in die Ursprungsform nach dem ersten Belastungs- und Entlastungszyklus. Dabei handelte es sich um eine bleibende, also plastische, Verformung, weshalb im Folgenden auch häufig von „plastischen Proben“ gesprochen wurde.

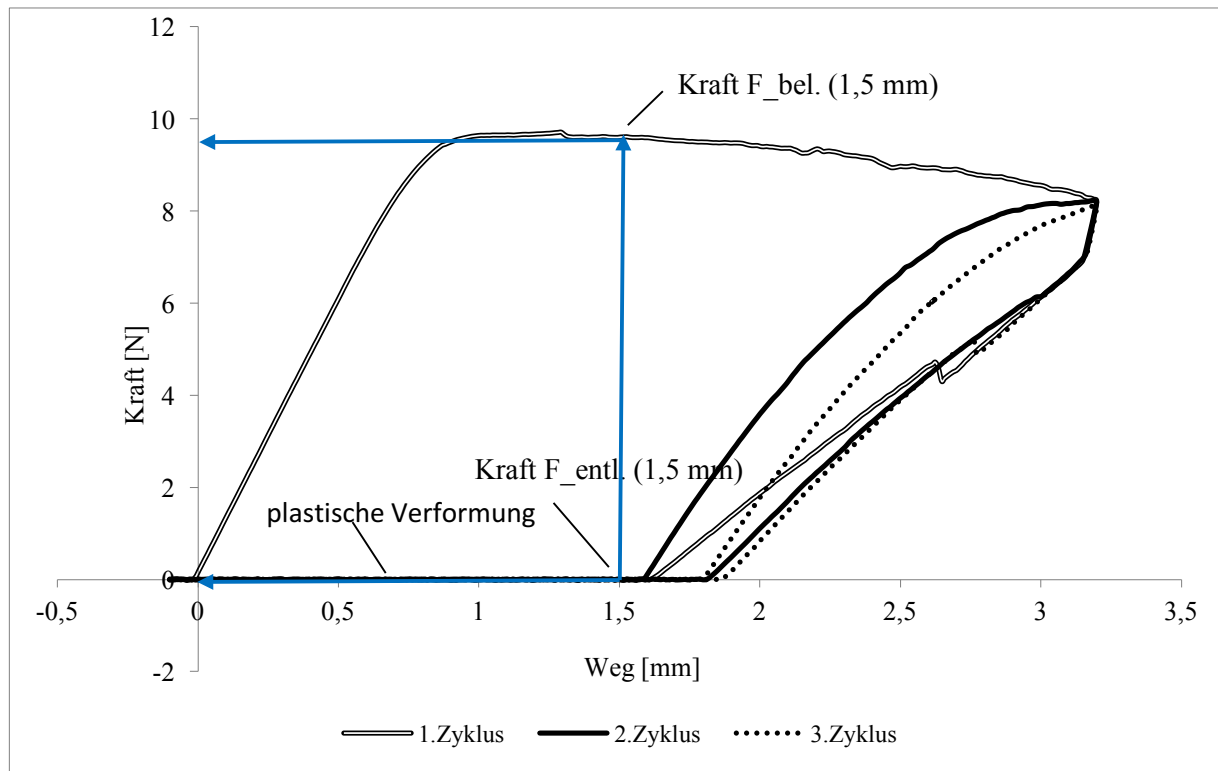


Abbildung 18: Drei Probezyklen eines plastisch verformten Drahtes im Kraft-Weg-Diagramm mit $F_{\text{bel.}}$ / $F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm).

Die komplexe Form der Be- und Entlastungskurven Kraft $F_{\text{bel.}}$ / $F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm) in Zusammenhang mit der Veränderung in Folge der Wärmebehandlung ließ sich nicht ohne weiteres in grafischer Form darstellen. Daher wurden diese Zusammenhänge anhand eines neu konzipierten Bewertungsmaßstabs („Score“) analysiert, welcher die Güte eines superelastischen Drahtes und seine Empfindlichkeit gegenüber einer thermischen Behandlung zum Ausdruck bringen sollte. Dabei wurde die Veränderung der mechanischen Eigenschaften mit reproduzierbaren Faktoren belegt und in einem Gesamtbild der Drahteigenschaften bewertet. Bei der Erstellung der einzelnen Kriterien stand im Vordergrund einen gewebefreundlichen und wärmeunempfindlichen Draht als positiv zu bewerten. Demnach wurden diejenigen NiTi-Drähte vorteilig bewertet, welche ein geringes Kraftniveau im oberen und unteren Plateau aufwiesen und zudem nach erfolgter Wärmebehandlung keine/nur geringe Änderungen der Kraftwerte des unteren Plateaus zeigten. Da ein möglichst wärmeunempfindlicher Draht gewünscht war, erhielten Drähte mit monotonen Kurvenverläufen und geringfügigen Änderungen des unteren Plateaus höhere Indexwerte. Die Tabelle 5 zeigt die einzelnen Bewertungskriterien auf, unter welchen die Kurven analysiert wurden.

Tabelle 5: Kriterien zur Bewertung von superelastischen Drähten.

Kriterium	Wert	Index
Höhe des oberen Plateaus	5N	4
	6N	3
	7N	2
	8N	1
	$\geq 9N$	0
Höhe des unteren Plateaus	1N	4
	2N	3
	3N	2
	4N	1
	$\geq 5N$	0
Bewertung Kurvenverlauf bzw. -form	monoton mit geringen Ausschlägen	10
	monoton mit deutlichen Ausschlägen	7
	nicht monoton mit geringen Ausschlägen	5
	nicht monoton mit mittleren Ausschlägen	3
	nicht monoton mit deutlichen Ausschlägen	1
	chaotisch, nicht vorhersagbar	0
Stabilität des unteren Plateaus bei Wärmebehandlung, bis:	700°C	10
	650°C	9
	600°C	8
	550°C	7
	500°C	6
	450°C	5
	400°C	4
	350°C	3
	300°C	2
	250°C	1
Steigung bei Änderung des unteren Plateaus:	$\Delta F/\Delta T = 0,5 \text{ N}/100^\circ\text{C}$	10
	$\Delta F/\Delta T = 1,0 \text{ N}/100^\circ\text{C}$	9
	$\Delta F/\Delta T = 1,5 \text{ N}/100^\circ\text{C}$	8
	$\Delta F/\Delta T = 2,0 \text{ N}/100^\circ\text{C}$	7
	$\Delta F/\Delta T = 2,5 \text{ N}/100^\circ\text{C}$	6
	$\Delta F/\Delta T = 3,0 \text{ N}/100^\circ\text{C}$	5
	$\Delta F/\Delta T = 3,5 \text{ N}/100^\circ\text{C}$	4
	$\Delta F/\Delta T = 4,0 \text{ N}/100^\circ\text{C}$	3
	$\Delta F/\Delta T = 4,5 \text{ N}/100^\circ\text{C}$	2
	$\Delta F/\Delta T = 5,0 \text{ N}/100^\circ\text{C}$	1
	$\Delta F/\Delta T = 5,5 \text{ N}/100^\circ\text{C}$	0
	$\Delta F/\Delta T = 6,0 \text{ N}/100^\circ\text{C}$	-1

Die Einzelindices wurden aufsummiert und ergaben einen maximalen Gesamtscore von 38 Punkten. Ein hoher Score-Wert wies demzufolge auf einen mit geringer thermischen Suszeptibilität ausgestatteten Draht hin, der sich bei der klinisch durchgeführten Formanpassung z.B. Mit Hilfe des Memory-Makers, sehr wenig in seinem Eigenschaftsprofil änderte. Ein geringer Score-Wert bedeutete hingegen, dass sich ein Draht durch die Wärmebehandlung mikrostrukturell stark veränderte und somit empfindlich auf die Formanpassung reagierte.

3.8 Statistik

Die deskriptive Statistik wurde mit Microsoft Excel 2016 (Microsoft Corporation, Redmond, WA, USA) erstellt. Aus den jeweils sechs (Außenwinkel) bzw. vier Messungen (3-Punkt-Biegeversuch) einer Produkt-Glühdauer-Glühtemperatur-Kombination wurden die Mittelwerte und die Standardabweichungen (SD) berechnet. Die grafische Darstellung der Ergebnisse erfolgte in Abhängigkeit von der Glühtemperatur.

4. Ergebnisse

4.1 Ergebnisse der Winkelmessung

Die grafische Darstellung der Ergebnisse der Winkelmessung erfolgte in Form von Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C] -Diagrammen.

Um die Auswirkungen der verschiedenen Glühdauern auf die Formgebung eines Drahtes übersichtlich darzustellen, erfolgte eine farbliche Differenzierung der ein-, fünf- und zehnminütigen Kurven. Von einer vollständigen Formgebung wurde hier gesprochen, wenn der Außenwinkel $180^\circ \pm 3^\circ$ betrug.

4.1.1 Drähte von American Orthodontics

4.1.1.1 Nickel-Titanium

Der Nickel-Titanium zeigte bei der fünf- und zehnminütigen Glühdauer eine relativ konstante Zunahme der Verformung. Es reichten bereits geringe Temperaturen aus, um starke Verformungen hervorzurufen (Abbildung 19). Die 1-Minuten-Drähte zeigten bei tiefen Temperaturen (250°C) nur geringe, bleibende Verformungen. Im Bereich von 350°C-600°C stagnierte die Formveränderung, was sich in einem annähernd horizontalen Plateau auswirkte. Eine vollständige Annahme der Form wurde erst bei ca. 750°C erreicht. Bei der fünfminütigen Erwärmung wurde dies bei 700°C und bei der zehnminütigen bei 650°C erreicht. Die fünfminütige Expositionsdauer wies bei 450°C die größten Schwankungen auf. Insgesamt zeigten die fünf- und zehnminütigen Kurven einen ähnlichen Verlauf.

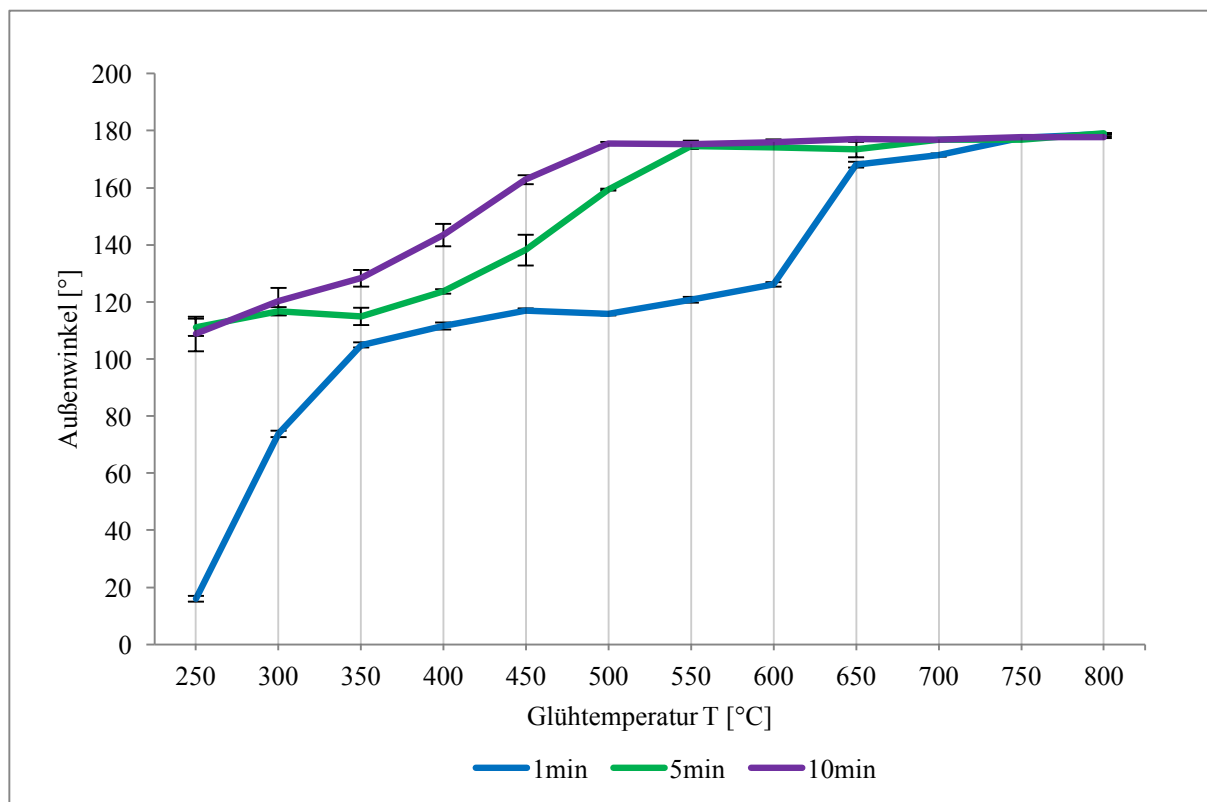


Abbildung 19: AO-NiTi, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.1.2 Drähte von Dentaureum

4.1.2.1 Equire Thermo-Active

Bis zur Annahme der maximalen Verformung zeigte der Equire Thermo-Active bei allen drei Expositionsdauern eine konstante Zunahme der Verformung. Maximal verformt zeigten sich die 1-, 5- und 10-Minuten-Drähte bei 700°C, 650°C und 600°C. Die größte Standardabweichung $SD = 7,98$ der Mittelwerte zeigten die 5-Minuten-Drähte bei 400°C (Abbildung 20). Anders als beim Nickel-Titanium (AO), reichten hier bei der einminütigen bereits geringe Temperaturen aus, um große Verformungen zu erzielen. Insgesamt lagen die drei Kurven nah aneinander.

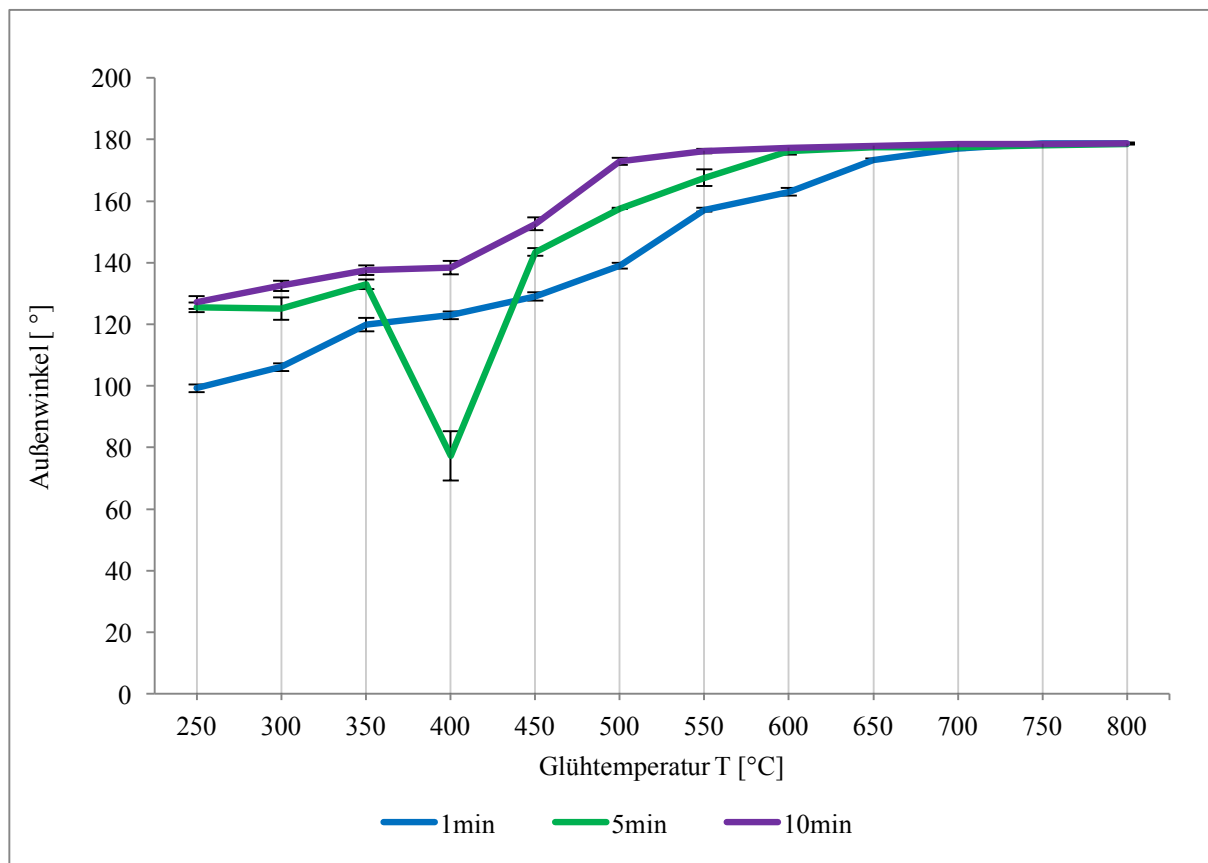


Abbildung 20: Dent-ETA, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.1.2.2 rematitan „LITE“

Die maximale Verformung wurde bei den 1-Minuten-Drähten bei ca. 650°C und bei den 5- und 10-Minuten-Drähten bei 550°C erreicht. Die Zunahme der Verformung verlief bei den drei Heiztemperaturen ähnlich, wobei geringere Temperaturen und Glühdauern nur geringere Verformungen erzielten (Abbildung 21). Der rematitan „LITE“ zeigte bei 250°C bei allen drei Glühdauern die stärksten Schwankungen innerhalb der Proben, sodass sich hier eine höhere Standardabweichung der Mittelwerte ergab.

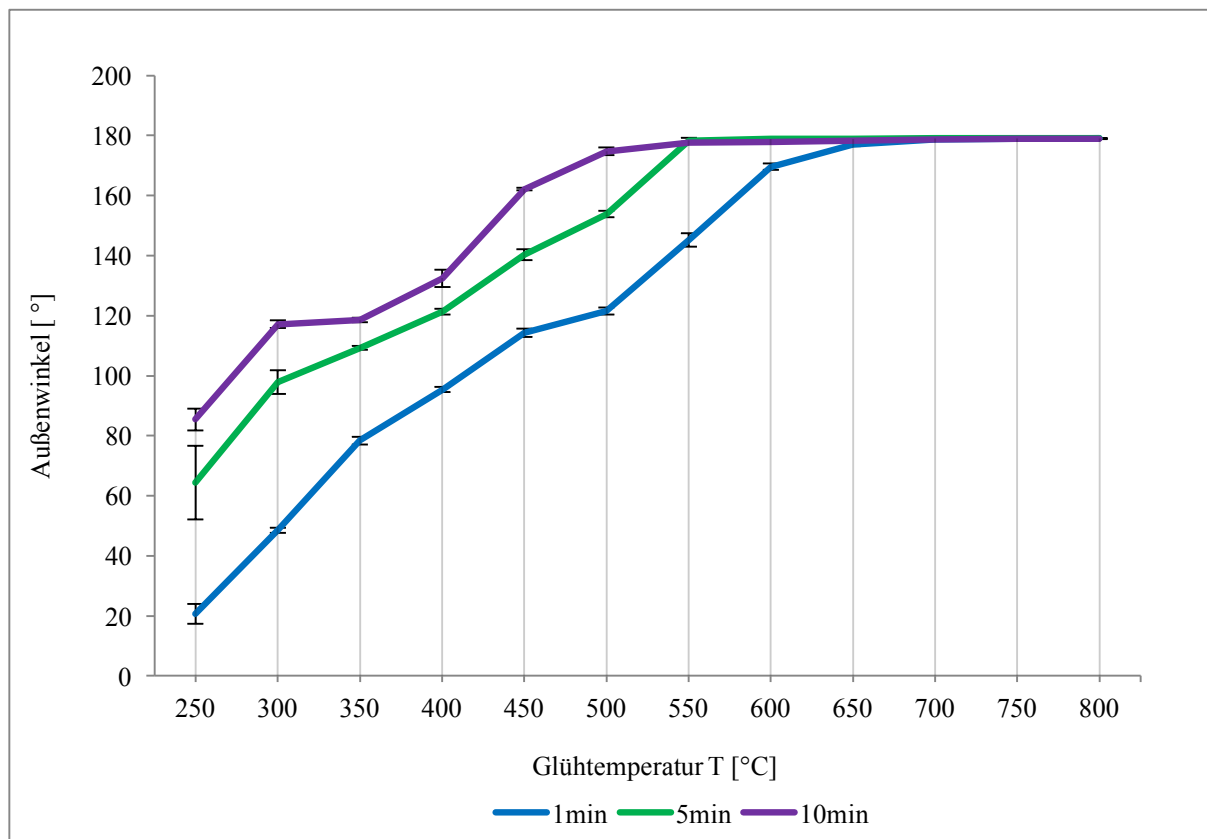


Abbildung 21: Dent-rematitan, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.1.2.3 Tensic

Der Tensic zeigte bei der einminütigen Glühdauer, im Bereich von 700°C, eine vollständige Formannahme. Bei den 5-Minuten-Drähten war dies bereits bei 600°C und bei den 10-Minuten-Drähten bei 550°C zu erkennen. Starke Formveränderungen konnten bei den 1-Minuten-Drähten zwischen 400°C und 550°C erkannt werden. Im Gegensatz zum rematitan „LITE“ zeigte der Tensic bereits bei geringen Glüh Temperaturen starke Verformungen (Abbildung 22). Die größten Standardabweichungen zeigten die 1-Minuten-Drähte bei 250°C ($SD_{\max}=2,12$), die 5-Minuten-Drähte bei 350°C ($SD_{\max}=2,52$) und die 10-Minuten-Drähte bei 250°C ($SD_{\max}=3,74$).

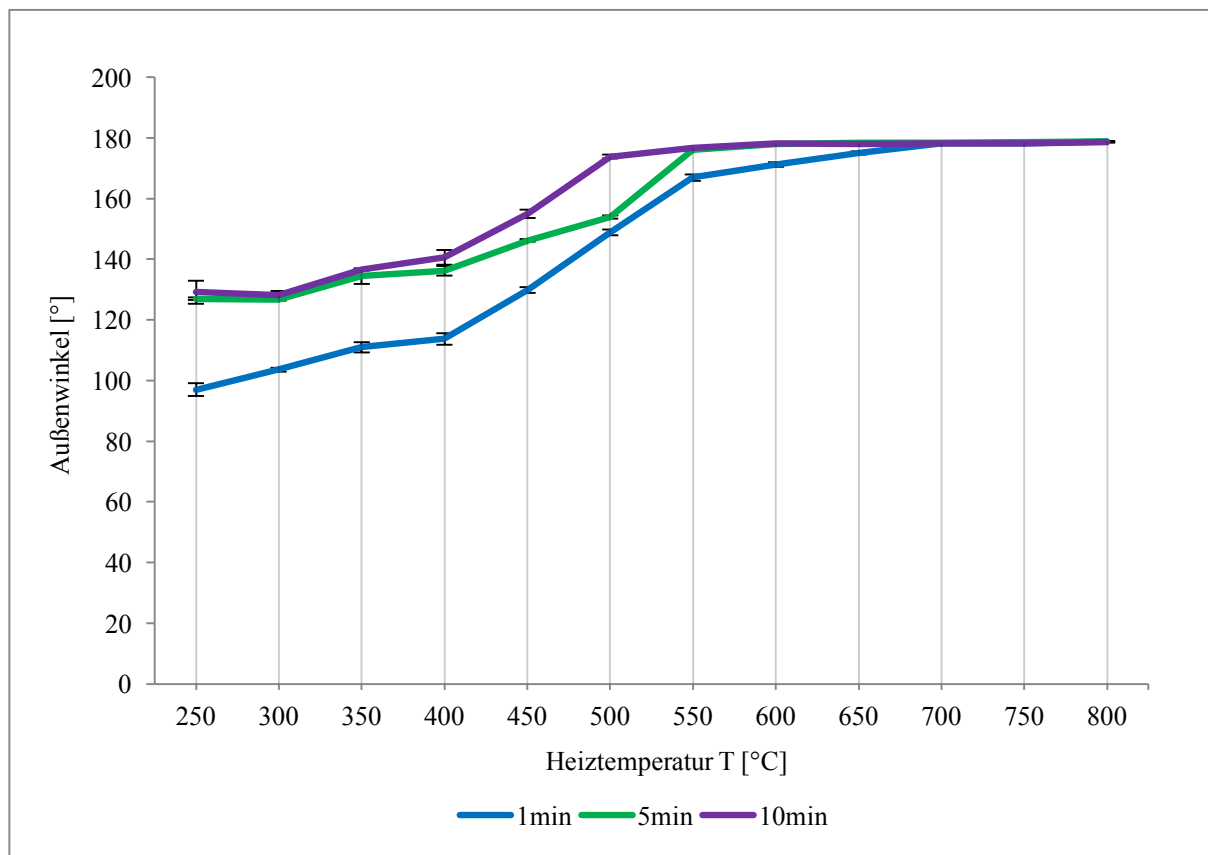


Abbildung 22: Dent-Tensic, Außenwinkel [°] -Glüh Temperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.1.3 Drähte von Forestadent

4.1.3.1 Titanol Budget

Der Titanol Budget zeigte bei 750°C (1 Minute), bei 600°C (5 Minuten) und bei 550°C (10 Minuten) eine vollständige Formgebung. Die fünf- und zehnminütigen Expositionsdauern riefen bereits bei geringen Temperaturen von ca. 250°C starke Verformungen hervor. Ähnlich große Verformungen erreichte die einminütige Expositionsdauer erst bei höheren Temperaturen von ca. 350°C. Die 1-Minuten-Drähte zeigten zudem zwischen 350°C und 600°C nur geringfügige Veränderungen der Form auf, was sich in einem Plateaubereich äußerte (Abbildung 23). Ein derartiger Kurvenverlauf konnte bei den beiden anderen beiden Glühdauern nicht festgestellt werden.

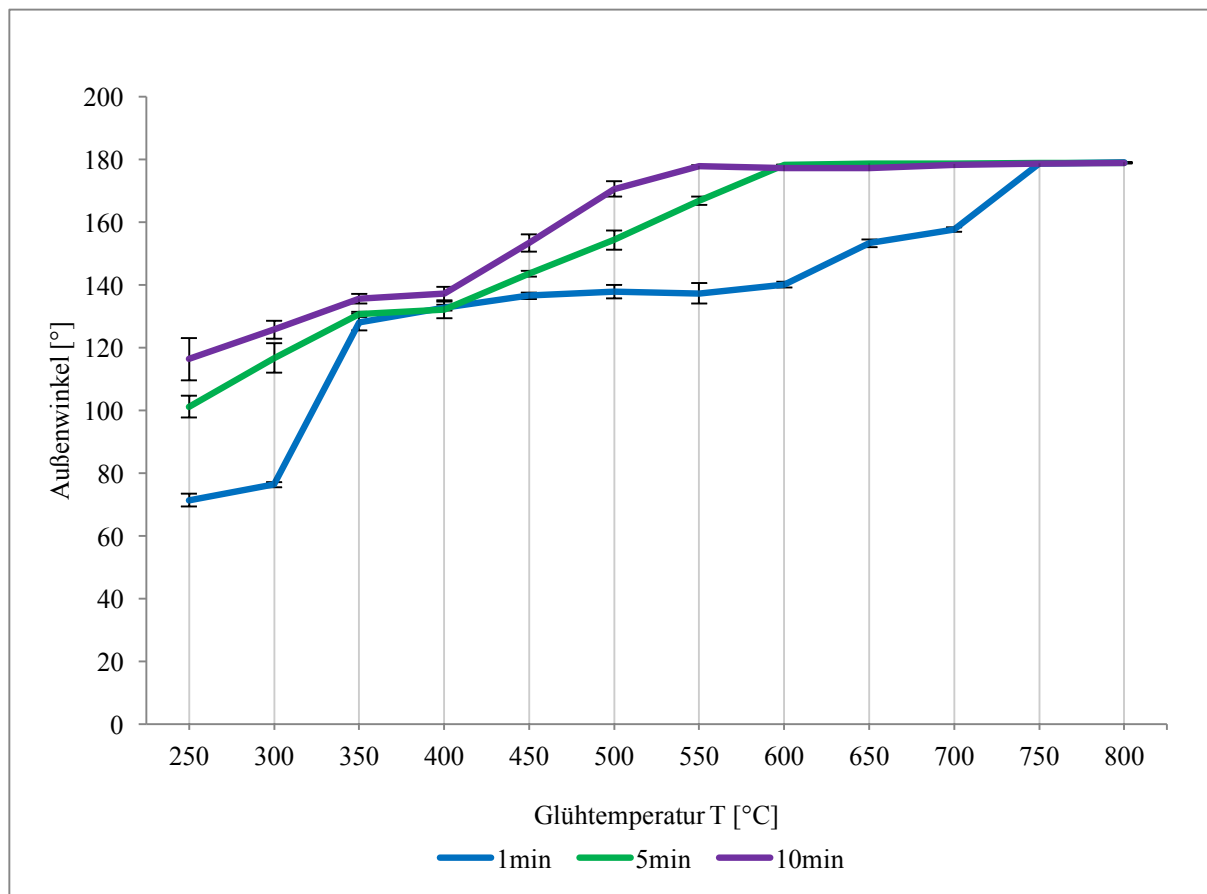


Abbildung 23: FD-TiBu, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.1.3.2 Titanol Low Force

Die einminütige Glühdauer zeigte bei 750°C, die fünfminütige bei 600°C und die zehnminütige bei 550°C eine gänzliche Formannahme. Die Kurvenverläufe der 5- und 10-minütigen Glühdauer unterschieden sich nur geringfügig. Insgesamt mussten bei der einminütigen Glühdauer deutlich höhere Temperaturen aufgebracht werden, um starke Verformungen zu erzielen. Zwischen 350°C und 500°C zeigte die einminütige Glühdauer zudem eine Plateauphase, in der trotz gesteigerter Temperaturen nur geringe Formveränderungen zu erkennen waren (Abbildung 24). Große Schwankungen zeigten die 1-Minuten-Drähte im Bereich von 550°C mit einer ($SD_{\max}=8,78$) und die 5-Minuten- Drähte bei 250°C ($SD_{\max}=6,60$).

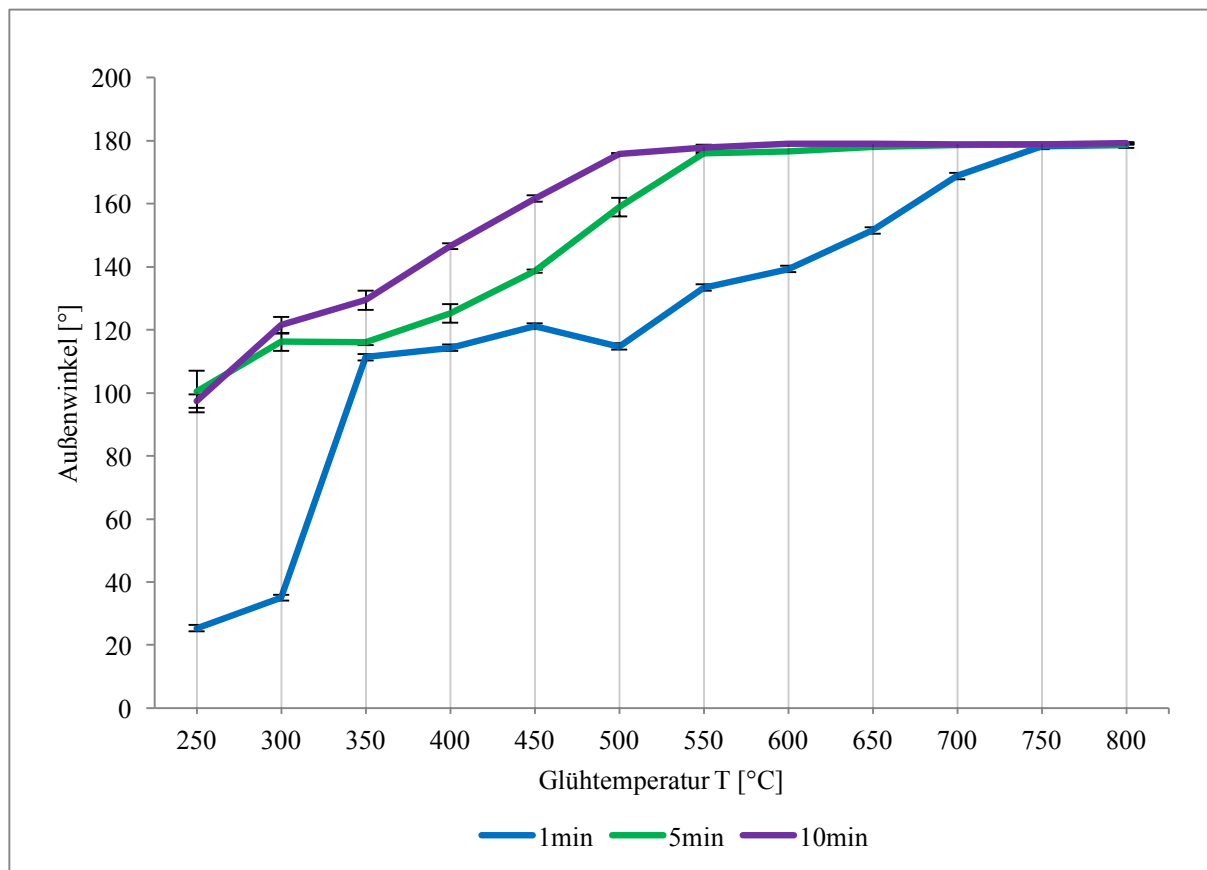


Abbildung 24:FD-TiLF, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.1.3.3 Titanol Superelastic

Der Titanol Superelastic zeigte bei einer Expositionsdauer von zehn Minuten bereits bei 450°C eine vollständige Formgebung. Dies konnte bei den 5-Minuten-Drähten erst bei 550°C und bei den 1-Minuten-Drähten bei 700°C festgestellt werden. Bei der einminütigen Glühdauer traten die geringsten Änderungen der Formprogrammierung im Bereich von 450-550°C auf. Insgesamt erwies sich der untere Temperaturbereich (bis ca. 400°C) aller drei Heizdauern als am schwankungsanfälligsten (Abbildung 25). Im Gegensatz zu der zehnminütigen Glühdauer zeigten die ein- und fünfminütigen Glühdauern bei Glühtemperaturen von 250°C nur geringe Veränderungen der Form auf.

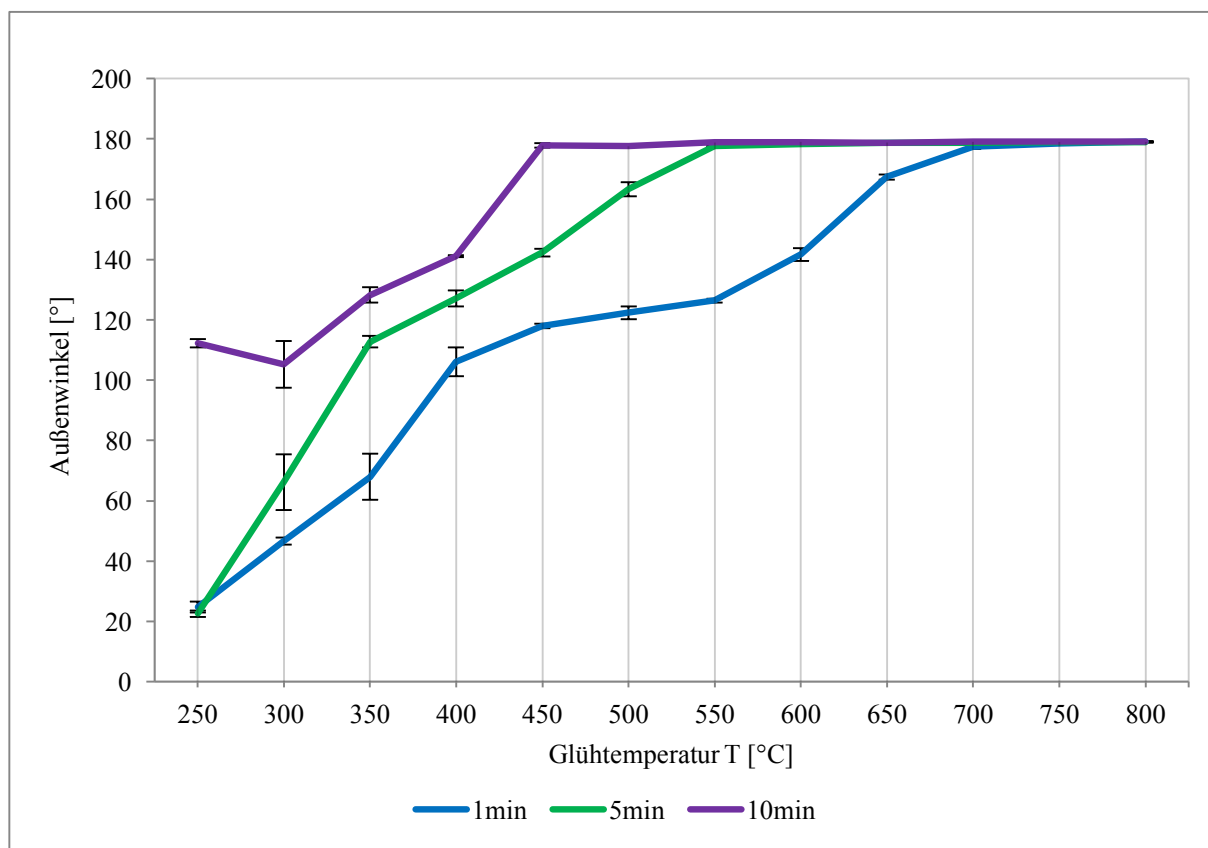


Abbildung 25: FD-TiSe, Außenwinkel [°] -Glüh Temperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.1.4 Drähte von GAC

4.1.4.1 Neo Sentalloy 02-526-652

Die 1-minütige Glühdauer zeigte bei Temperaturen zwischen 450°C-600°C nur geringfügige Formveränderungen. Im Gegensatz zur fünf- oder zehnminütigen Glühdauer konnte bei der einminütigen bei einer Temperatur von 250°C nur eine sehr geringe bleibende Verformung einprogrammiert werden. Ab 800°C wurde eine vollständige Biegung angenommen. Die 5-Minuten-Drähte zeigten eine vollständige Formannahme bei 700°C, wohingegen die 10-Minuten-Drähte diese bereits bei 650°C erzielten. Alle drei Expositionsdauern zeigten die größten Schwankungen bei Temperaturen von 400°C auf (Abbildung 26).

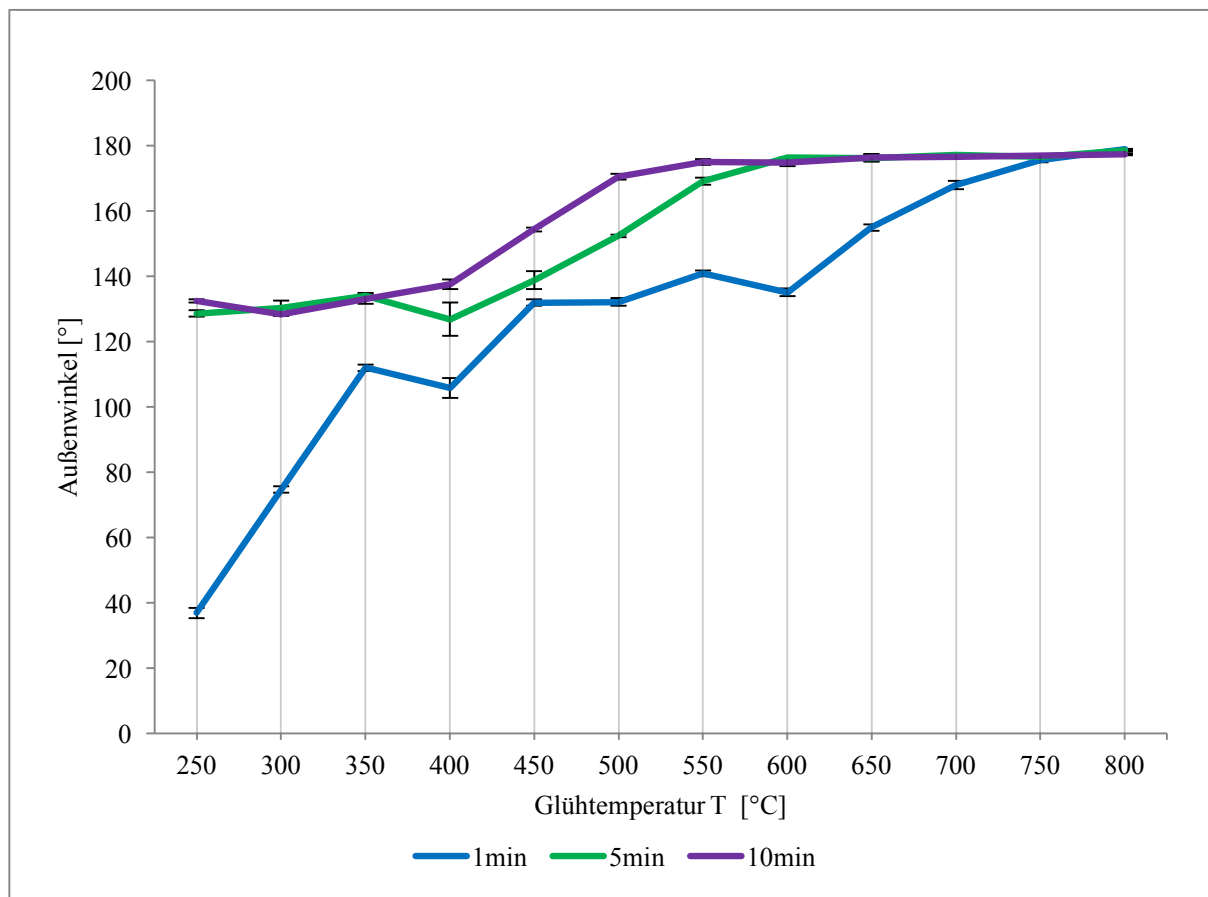


Abbildung 26: GAC-NS1, Außenwinkel [°] -Glüh Temperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.1.4.2 Neo Sentalloy 02-523-653

Beim Neo Sentalloy 02-523-653 zeigten die 1-Minuten-Drähte bei einer Temperatur von 250°C eine gering ausgeprägte Formveränderung (Abbildung 27). Temperaturen zwischen 350°C und 550°C bedingten bei den 1-Minuten-Drähten einen flachen Kurvenverlauf. Die maximale Formgebung wurde bei der ein- und fünfminütigen Glühdauer ab 750°C und bei der zehnminütigen ab 550°C erzielt. Die 5- und 10-Minuten Expositionsdauern zeigten insgesamt einen ähnlichen Kurvenverlauf. Im Gegensatz zu den längeren Glühdauern, wirkte sich die einminütige Expositionsdauer deutlich geringer auf die Formgebung aus. Die 5-Minuten-Drähte zeigten bei 250°C die größten Schwankungen ($SD_{\max}=6,0$).

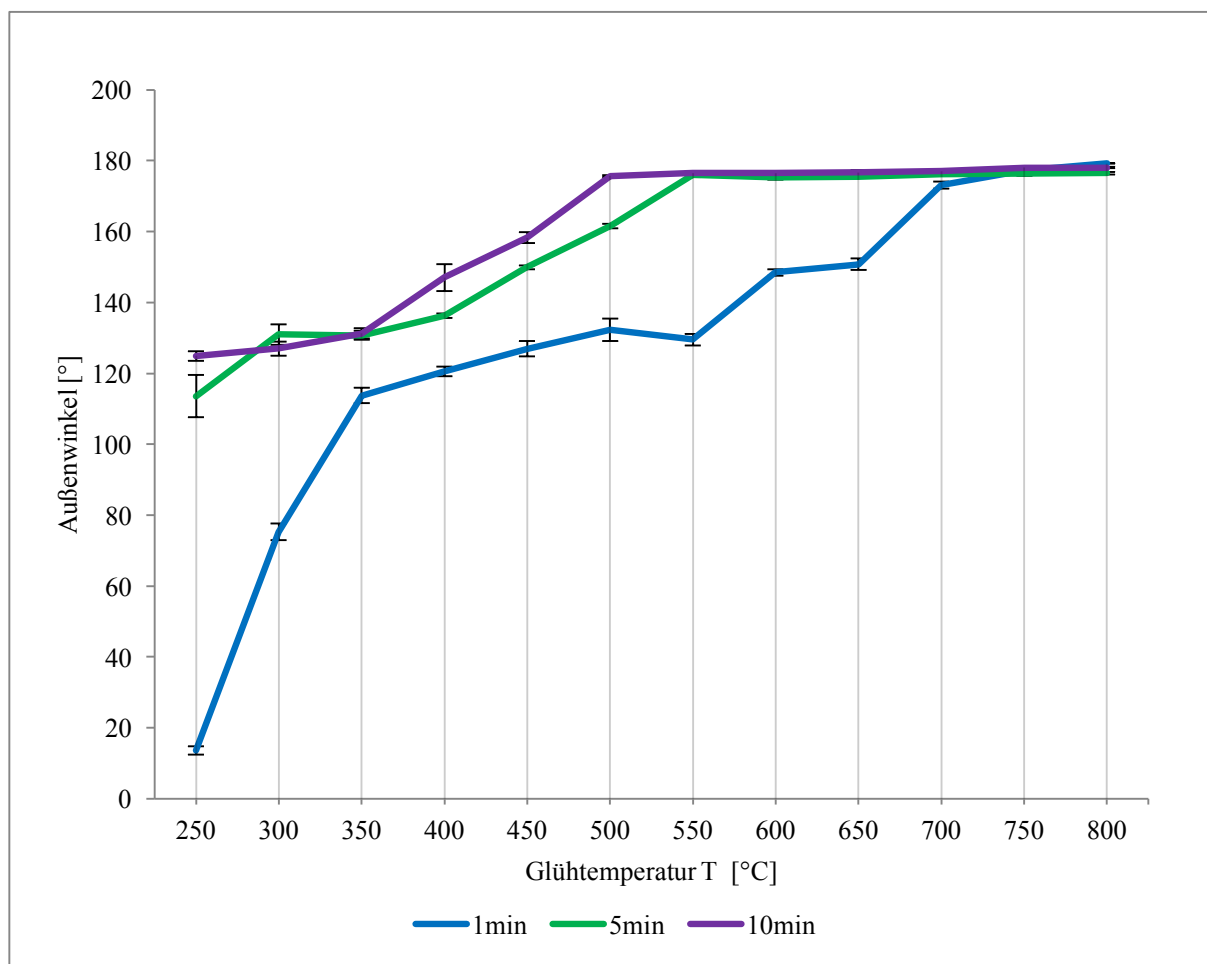


Abbildung 27: GAC-NS2, Außenwinkel [°] -Glüh Temperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.1.5 Drähte von Ormco

4.1.5.1 Align SE200 LM NiTi

Eine komplette Formgebung konnte bei der einminütigen Expositionsdauer ab 700°C und bei der fünf- und zehnminütigen ab 650°C erreicht werden. Bei der einminütigen Wärmebehandlung zeigten Temperaturen von 250°C nur einen geringen Einfluss auf die Formgebung. Zudem verlief die Kurve bei dieser Expositionsdauer zwischen 450°C und 600°C relativ flach und zeigte erst bei 600°C einen steileren Verlauf (Abbildung 28). Insgesamt mussten bei der 1-minütigen Glühdauer weitaus höhere Temperaturen aufgebracht werden, um ähnlich bleibende Verformungen, wie bei den beiden anderen Glühdauern zu erreichen. Die 5- und 10-Minuten-Kurven zeigten große Schwankung $SD_{\max}(5 \text{ min}) = 8,40$ und $SD_{\max}(10 \text{ min}) = 11,64$ bei 250°C.

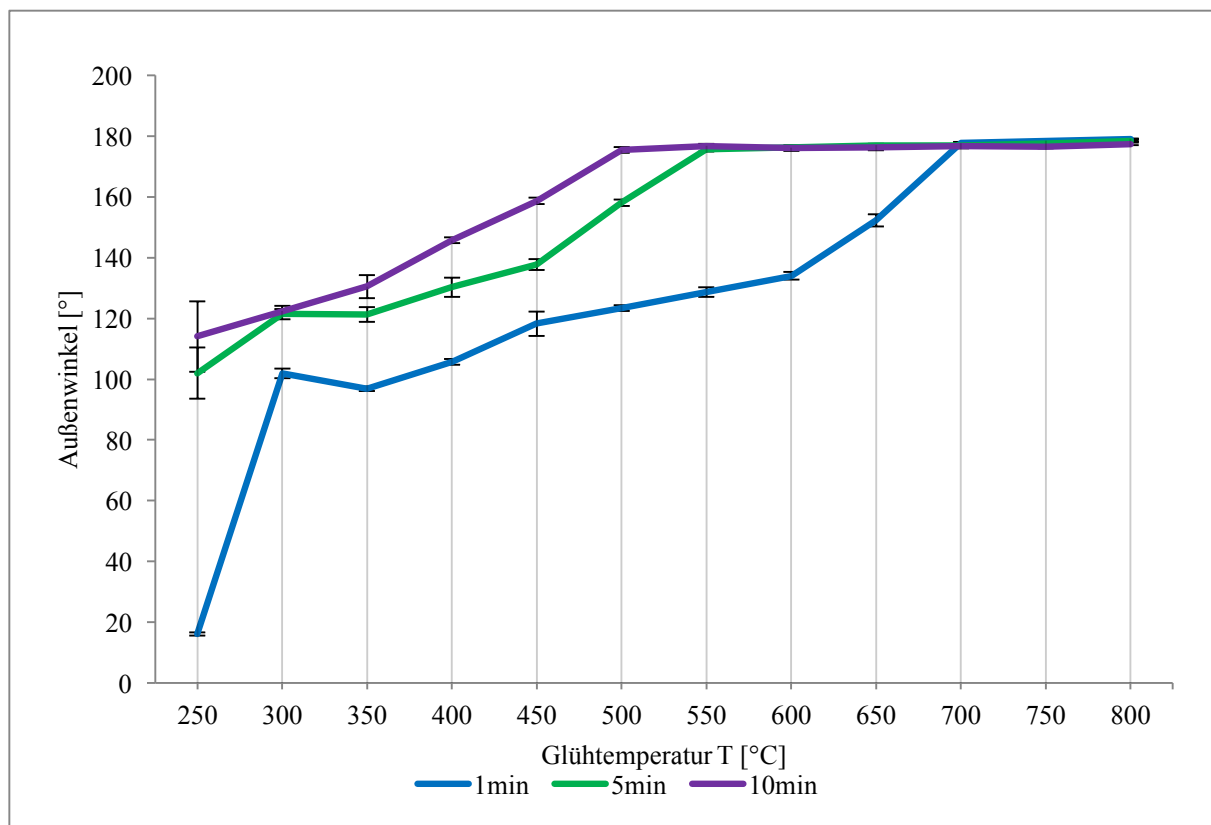


Abbildung 28: Ormco-ASE, Außenwinkel [°]-Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.1.6 Drähte von RMO

4.1.6.1 FLI CuNiTi²⁷

Die fünf- und zehnminütigen Glühdauern zeigten bis zum Erreichen der vollständigen 180° Biegung (500°C/10 Minuten und 550°C/5 Minuten) eine kontinuierliche Zunahme der Formgebung. Die beiden Kurven zeigten zudem einen relativ ähnlichen Verlauf. Bei ihnen konnte, anders als bei den 1-Minuten-Drähten, bereits bei geringen Temperaturen von 250°C eine starke Formveränderung festgestellt werden. Dieser Bereich zeigte jedoch die größten Schwankungen (Abbildung 29). Die 1-Minuten-Drähte nahmen erst bei Temperaturen von 700°C die vollständige Form an. Ähnlich wie bei den vorherigen Drähten, zeigte die einminütige Glühdauer einen deutlich geringen Einfluss auf die Formgebung als die längeren Expositionsauern.

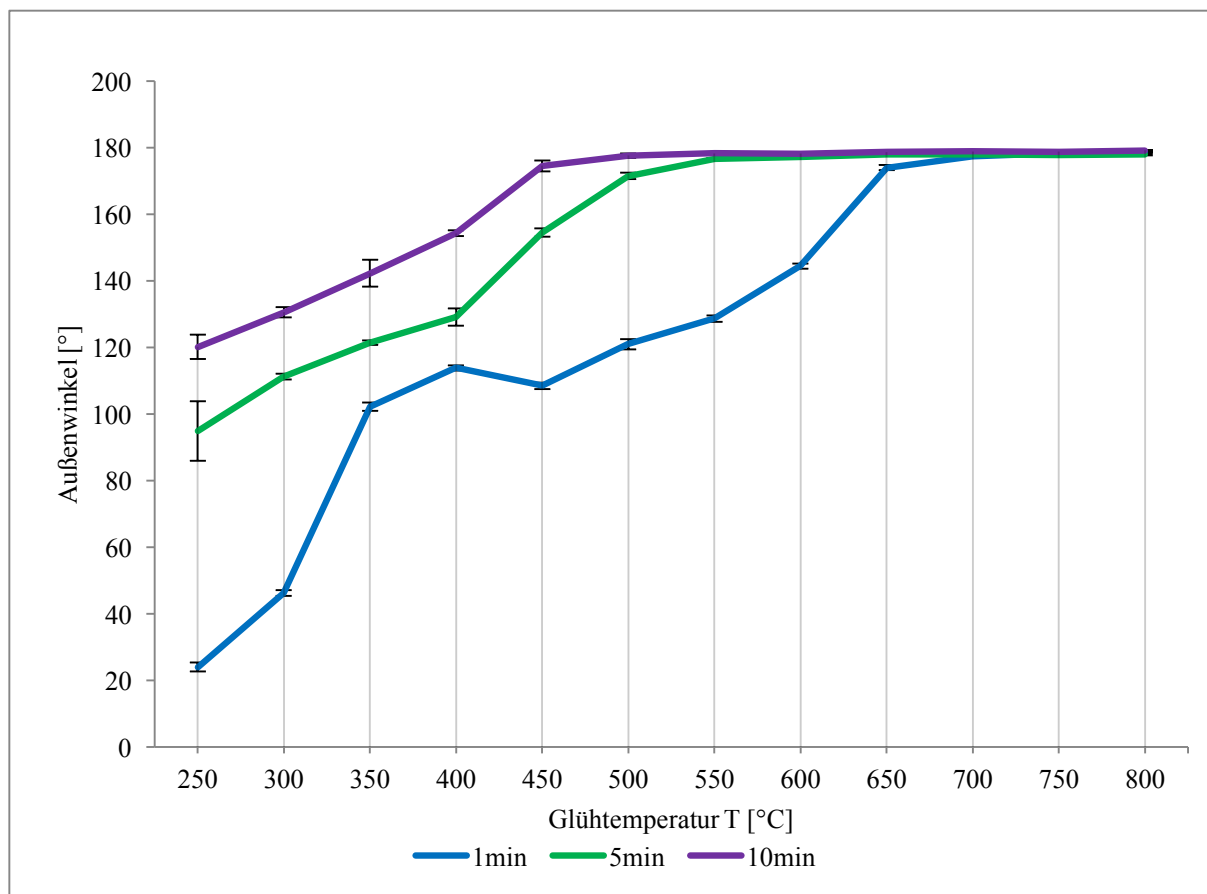


Abbildung 29: RMO-FLI27, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.1.6.2 FLI CuNiTi³⁵

Eine komplette Formgebung konnte bei der einminütigen Expositionsdauer ab 750°C und bei der fünf- und zehnminütigen ab 500°C erzielt werden. Im Bereich zwischen 350°C und 550°C zeigte die Wärmebehandlung der 1-Minuten-Drähte nur eine geringfügige Formveränderung. Zudem bewirkte bei der 1-minütigen Glühdauer eine Temperatur von 250°C eine sehr gering ausgeprägte Formprogrammierung. Diese Temperatur erzielte bei der fünf- und zehnminütigen Glühdauer bereits Winkel von ca. 100°/120°. Zusammenfassend lässt sich aus der Abbildung 30 erkennen, dass die einminütige Wärmebehandlung einen deutlich geringeren Einfluss auf die Formgebung ausübte, als die Fünf- und Zehnminütige. Diese unterschieden sich im Kurvenverlauf nur gering voneinander.

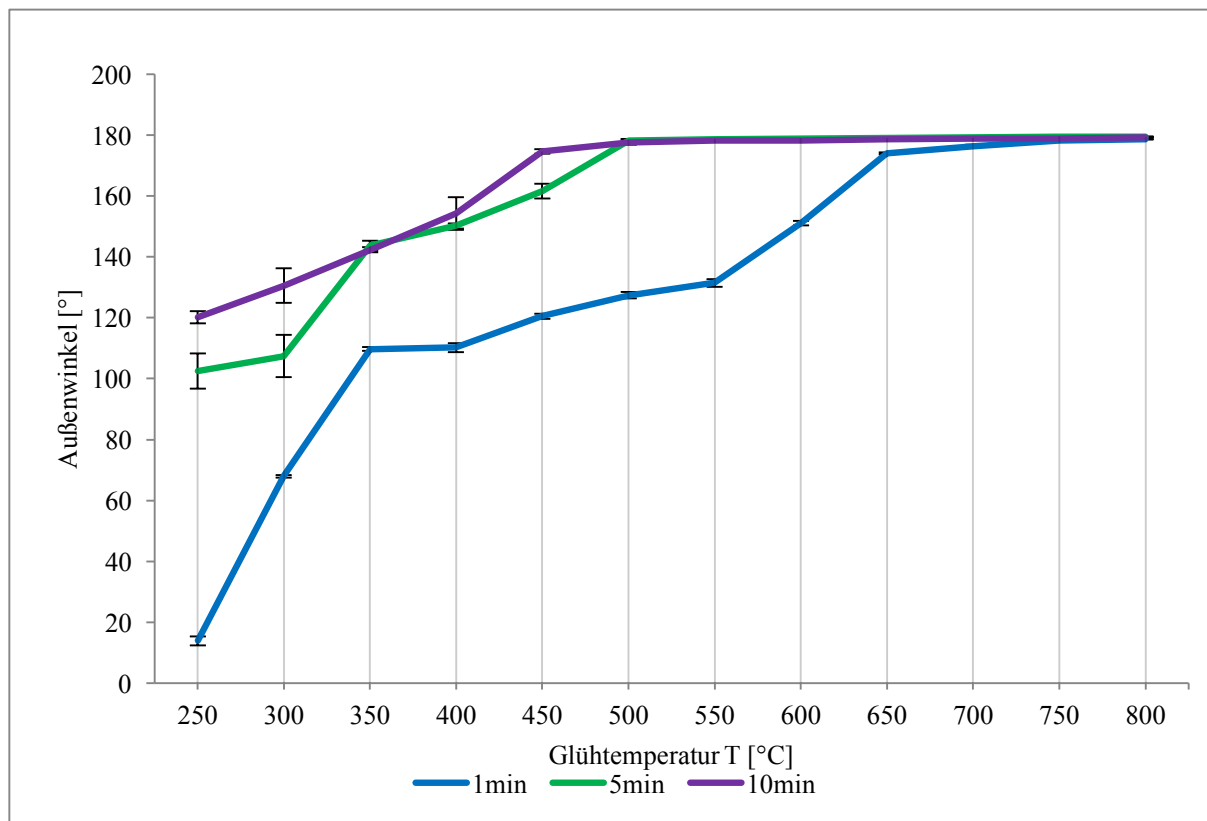


Abbildung 30: RMO-FLI35, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.1.7 Drähte von 3M Unitek

4.1.7.1 Nitinol Classic

Die vollständige 180° Biegung konnte bei den 1-Minuten-Drähten bei 650°C, bei den 5-Minuten-Drähten bei 500°C und bei den 10-Minuten-Drähten bei 450°C erreicht werden. Im Gegensatz zu den vorherigen Drähten, lagen beim Nitinol Classic die 5- und 10-Minuten-Kurven deutlich weiter auseinander, wie Abbildung 31 zeigt. Die größten Schwankungen zeigten sich bei allen drei Glühdauern bei 250°C und 300°C.

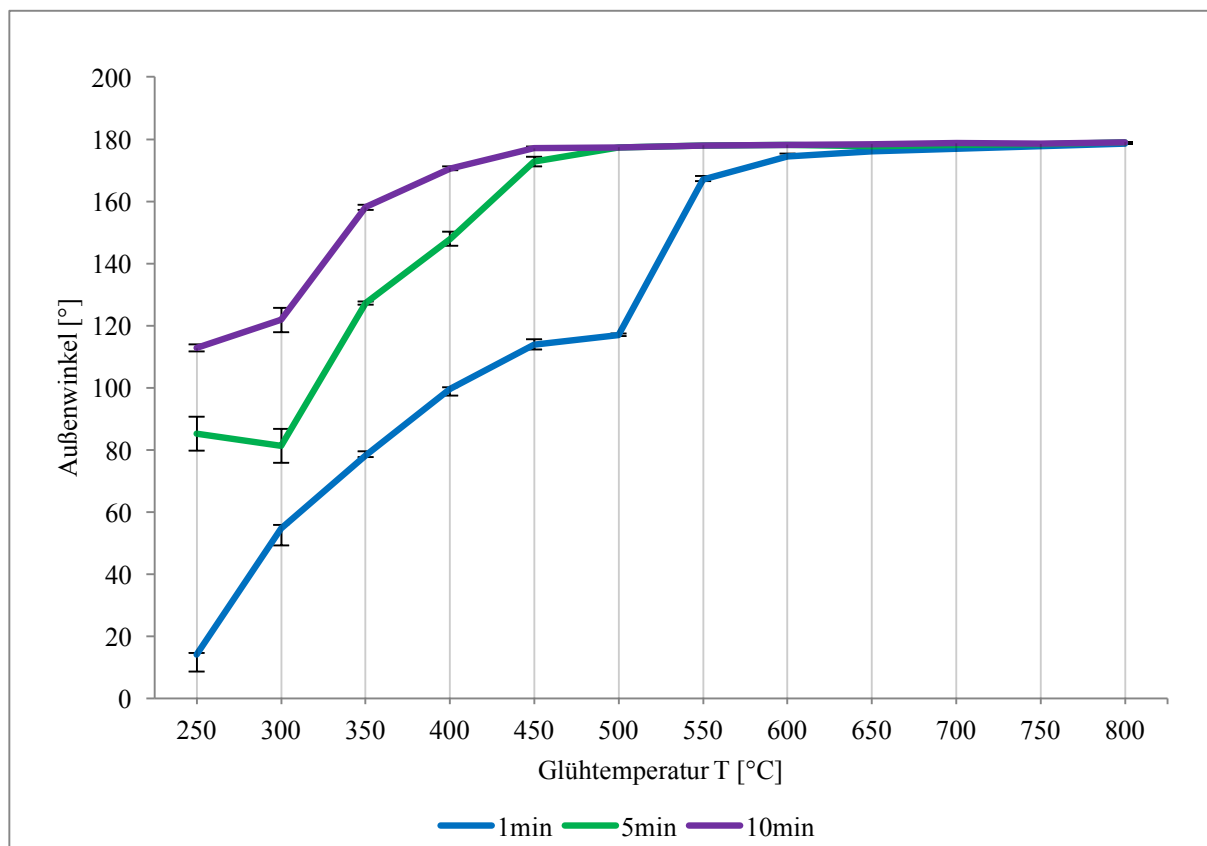


Abbildung 31: 3M-NC, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.1.7.2 Nitinol SuperElastic

Im Gegensatz zum Nitinol Classic bedingten niedrige Temperaturen bei allen drei Glühzeiten geringere Formveränderungen (Abbildung 32). Alle Glühdauern zeigten einen ähnlichen Kurvenverlauf, verbunden mit einer relativ kontinuierlichen Zunahme der Formannahme. Vollständige Biegungen konnten bei 700°C/1Minute, bei 650°C/5 Minuten und bei 500°C/10 Minuten erzielt werden. Bei Temperaturen von 250°C zeigten sich die größten Abweichungen der Mittelwerte, wie sich aus Abbildung 32 erkennen lässt.

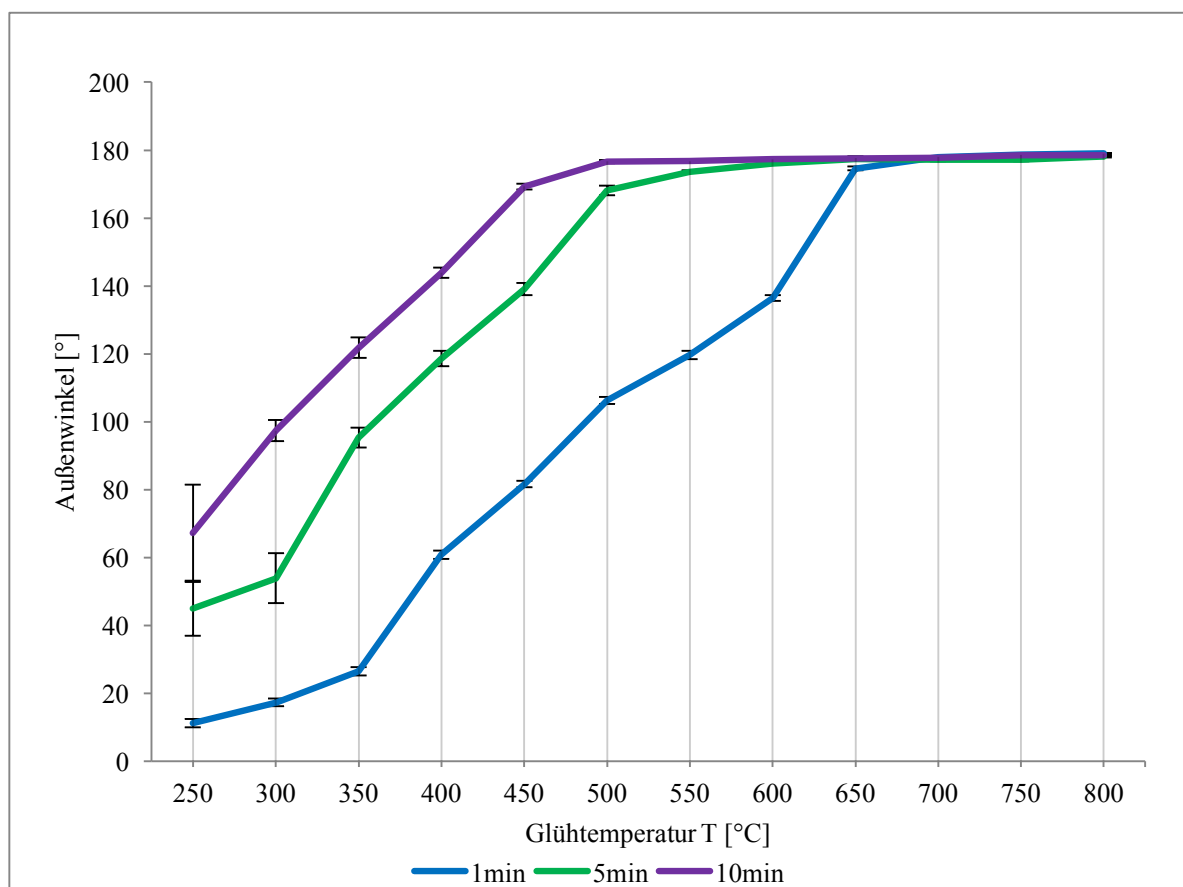


Abbildung 32: 3M-NSE, Außenwinkel [°] -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm mit SD (schwarz)

4.2 Ergebnisse des 3-Punkt-Biegeversuchs

Aufgrund der Komplexität und der großen Anzahl der Kurvenverläufe wurden die Ergebnisse des 3-Punkt-Biegeversuchs anhand der Kraft F [N] bei einer Auslenkung s von 1,5 mm bei der Hin- und Rücklaufkurve analysiert. Bei den Ergebnissen wurden die Kraftwerte der unbehandelten Drähte in den nachfolgenden Diagrammen durch Punkte dargestellt. Die Kraftwerte der unbehandelten Drähte wurden bei konstanten Temperaturen von $36 \pm 1^\circ$ bestimmt. In den folgenden Abbildungen 33-46 markieren jeweils die schwarzen Punkte die Kraft $F_{\text{bel. (1,5 mm)}}$ und die roten Punkte die Kraft $F_{\text{entl. (1,5 mm)}}$ der unbehandelten Drähte. Unter den Belastungskurven zeigte der Titanol Superelastic (Forestadent) (Abbildung 39) und unter den Entlastungskurven der Nitinol SuperElastic (3M Unitek) die höchsten Kraftwerte (Abbildung 46).

4.2.1 Drähte von American Orthodontics

4.2.1.1 Nickel-Titanium

Die unbehandelten Drähte zeigten bei der Auslenkung $s = 1,5$ mm bei der Belastungskurve eine mittlere Kraft von $F_{\text{bel.}} = 8,01$ N, bei der Entlastungskurve von $F_{\text{entl.}} = 4,2$ N (Abbildung 33, schwarzer bzw. roter Punkt). Der Nickel-Titanium zeigte sich in der Belastungskurve als wärmeunempfindlich und relativ kraftstabil. Tendenziell bewirkte eine längere Glühdauer eine geringere Kraftabgabe. Ein Verlust der superelastischen Eigenschaften trat bei der einminütigen Glühdauer bei 750°C , bei der fünfminütigen bei 650°C und zehnminütigen bei 600°C ein. Der Verlust der superelastischen Eigenschaften durch die durchgeführte Wärmebehandlung ging einher mit einem kontinuierlichen Kraftabfall (Abbildung 33).

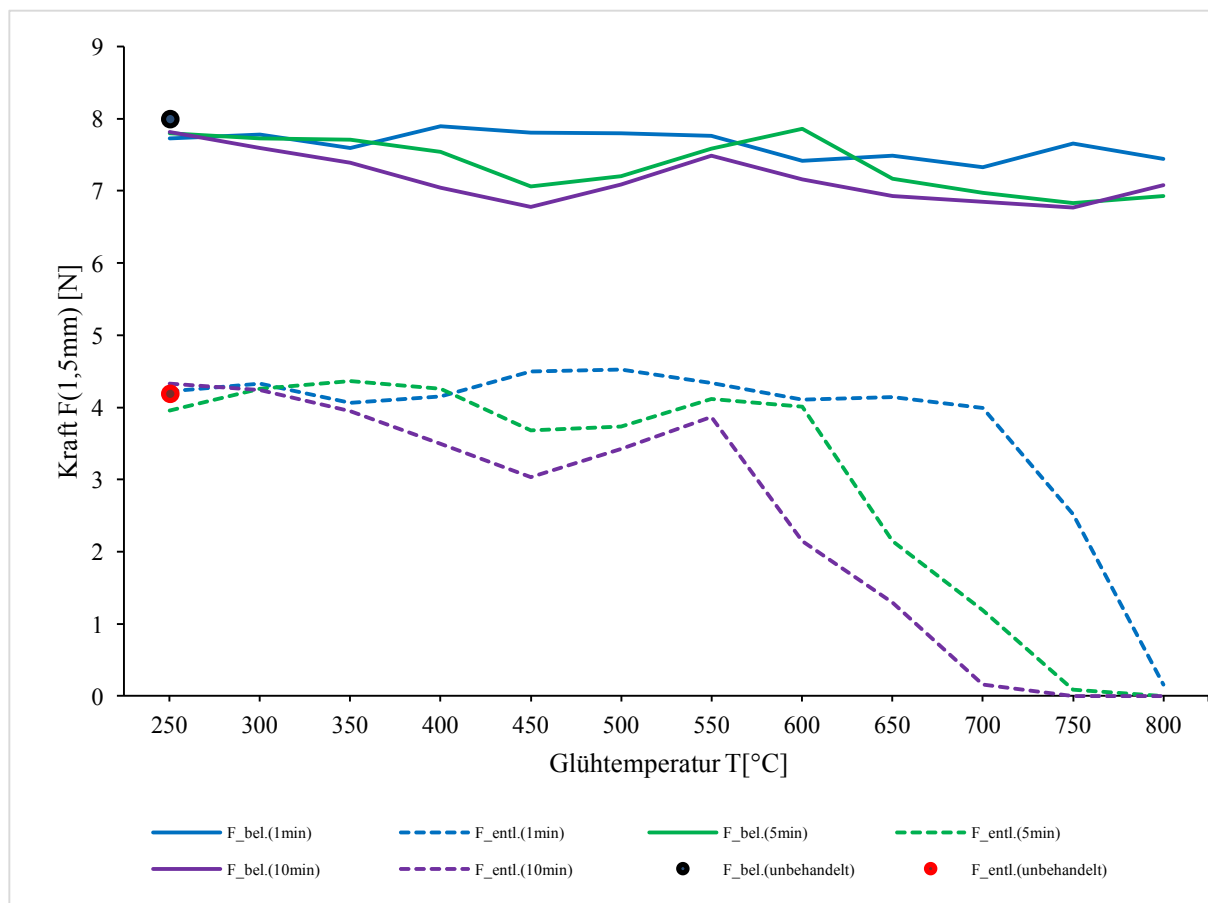


Abbildung 33: AO-NiTi, Kraft $F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm) -Glühtemperatur T [°C]-Diagramm.

4.2.2 Drähte von Dentaureum

4.2.2.1 Equire Thermo-Active

Die unbehandelten Drähte zeigten eine mittlere Kraft $F_{\text{bel.}} = 5,74 \text{ N}$ und $F_{\text{entl.}} = 1,47 \text{ N}$ (Abbildung 34). Noch vor dem Verlust des superelastischen Charakters kam es bei der Belastungs- und Entlastungskurve zu einem Anstieg des Kraftniveaus, siehe Abbildung 34. Nach diesem Kraftanstieg kam es bei der Hinlaufkurve zu einem Verbleib auf dem gesteigerten Kraftniveau, wohingegen bei der Rücklaufkurve nach der Kraftspitze ein starker Kraftabfall folgte. Ein Verlust der superelastischen Eigenschaften trat bei der einminütigen Glühdauer bei 750°C , bei der fünfminütigen bei 650°C und der zehnminütigen bei 600°C ein. Im plastischen Bereich sank das Kraftniveau bei der Entlastungskurve bei allen drei Glühdauern auf 0 N ab.

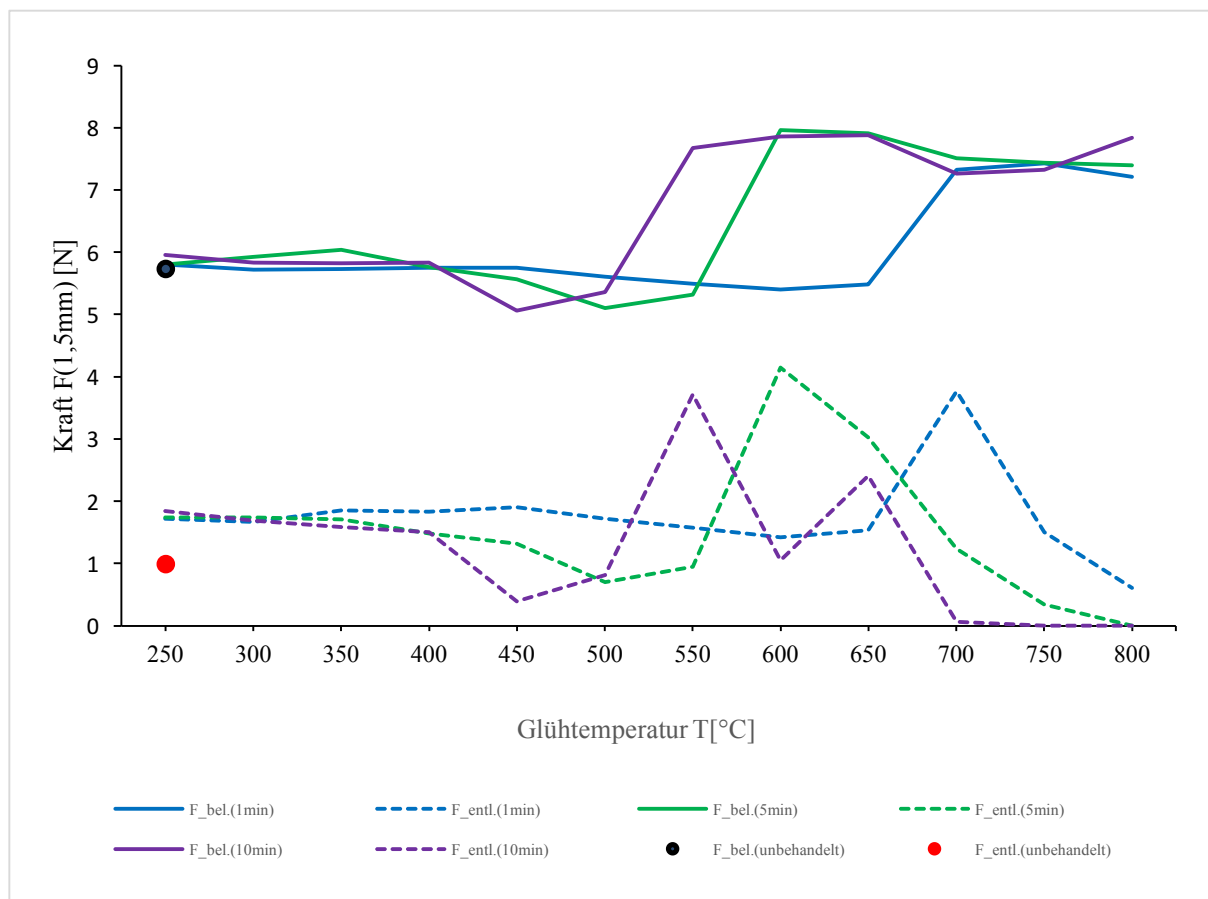


Abbildung 34: Dent-ETA, Kraft $F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm)-Glüh Temperatur T [°C]-Diagramm.

4.2.2.2 rematitan „LITE“

Der rematitan „LITE“ wies eine hohe Kraftabgabe auf. Im Biegeversuch zeigten die unbehandelten Drähte bei der Belastungskurve eine mittlere Kraft von $F_{\text{bel.}} = 8,58 \text{ N}$ und bei der Entlastungskurve von $F_{\text{entl.}} = 4,69 \text{ N}$. Die Glüh­temperatur und Glüh­dauer riefen bezüglich der Belastungskurven nur eine geringe Änderung des Kraftniveaus hervor. Die Entlastungskurve unterlag bis zum Verlust der superelastischen Eigenschaften nur geringen Kraftänderungen, anschließend stellte sich jedoch ein starker Abfall der Kraftniveaus ein (Abbildung 35). Ein Verlust der superelastischen Eigenschaften resultierte bei der einminütigen Glüh­dauer bei 750°C , bei der fünfminütigen bei 650°C und der zehnminütigen bei 550°C .

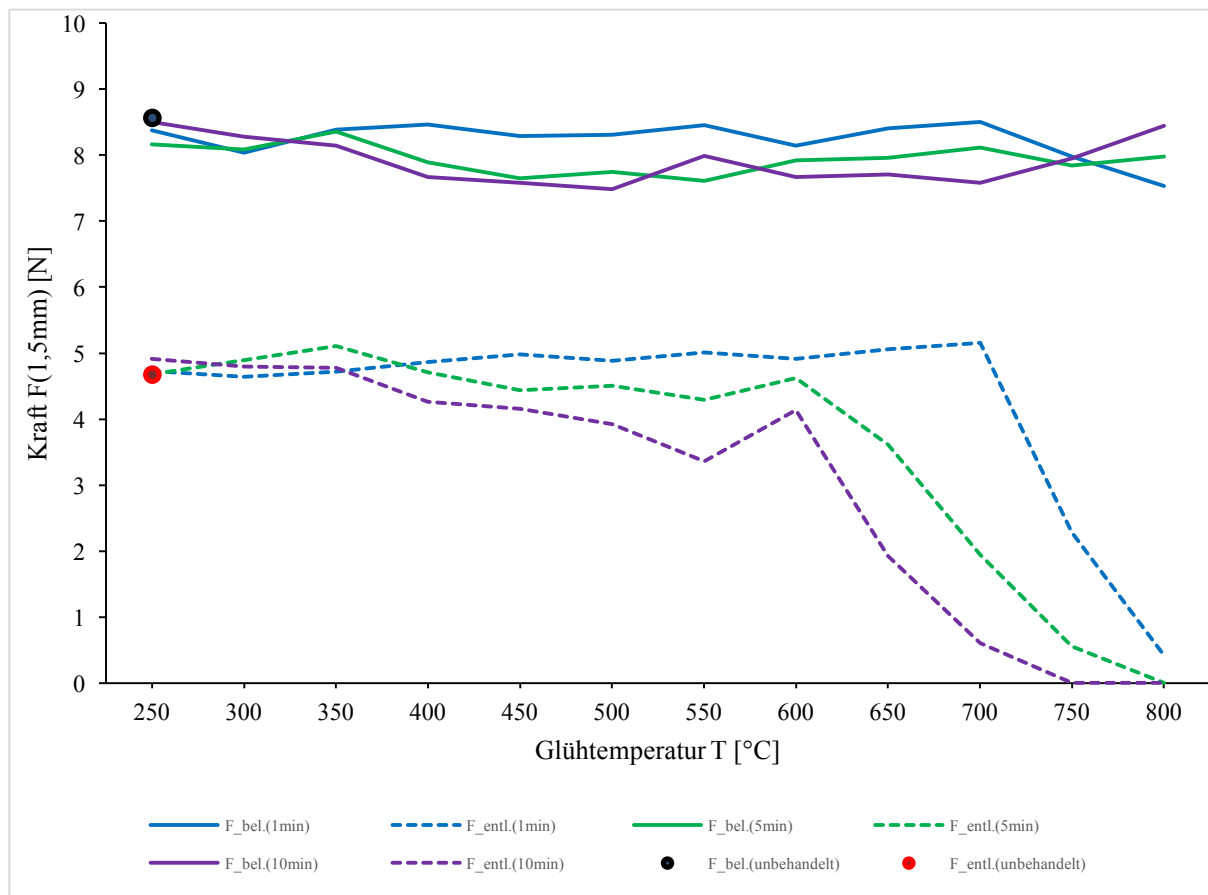


Abbildung 35: Dent-rematitan, Kraft $F_{\text{bel.}}/F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm)-Glüh­temperatur T [°C]-Diagramm

4.2.2.3 Tensic

Bei den Ursprungsdrähten lag die Kraft bei $F_{\text{bel.}} = 6 \text{ N}$ und $F_{\text{entl.}} = 1,66 \text{ N}$. Noch vor dem Übergang in den plastischen Zustand kam es bei den ein-, fünf- und zehnminütigen Wärmebehandlungen zu starken Kraftanstiegen, wie die Abbildung 36 zeigt. Das Kraftplateau blieb bei der Belastungskurve nach dem Anstieg auf dem gesteigerten Niveau bestehen, wohingegen die Rücklaufkurve einen starken Kraftabfall aufzeigte. Tendenziell führte eine länger andauernde Wärmebehandlung zu einem Absinken der Kraftwerte. Der plastische Zustand trat bei der einminütigen Glühdauer bei 750°C , bei der fünfminütigen bei 650°C und der zehnminütigen bei 600°C ein.

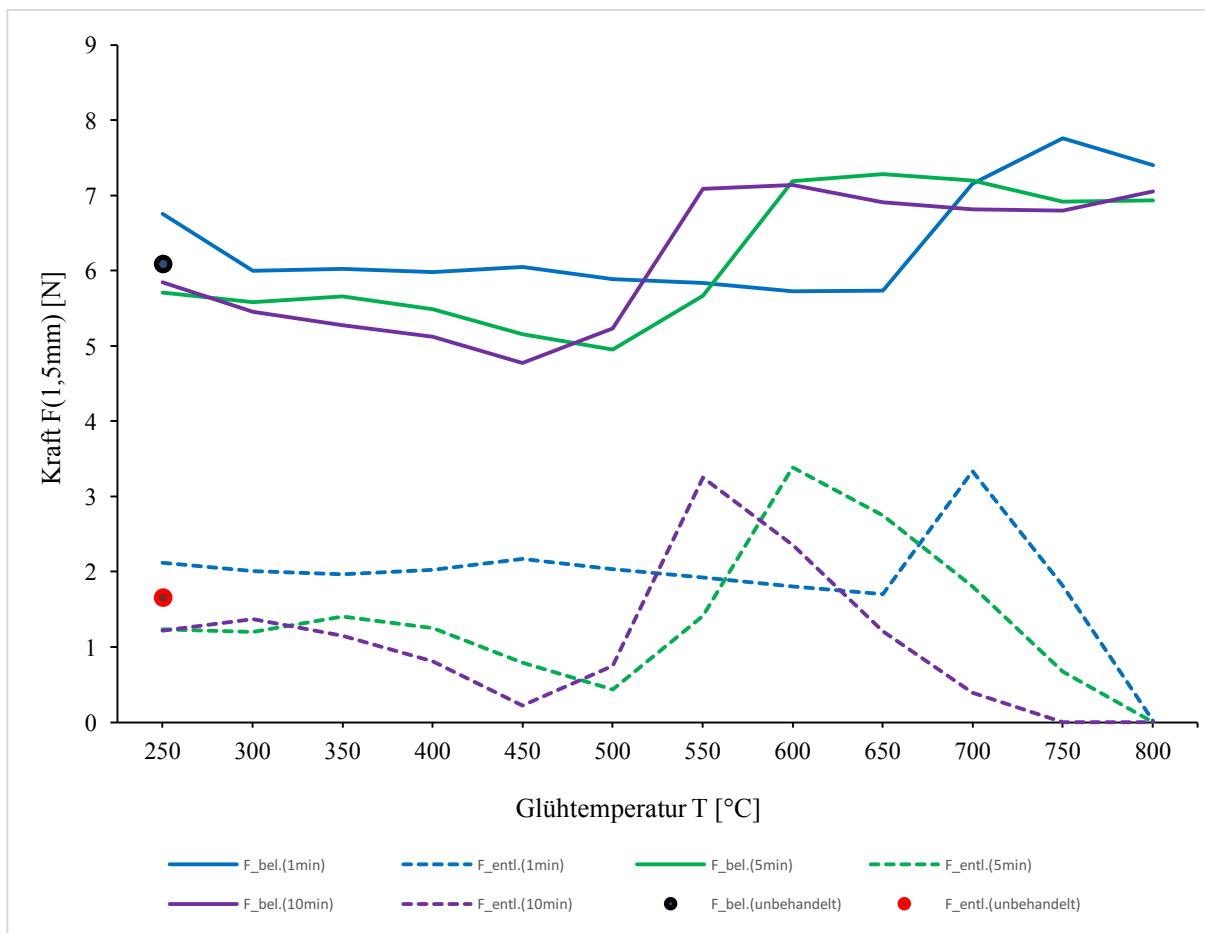


Abbildung 36: Dent-Tensic, Kraft $F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm)-Glüh Temperatur T [°C]-Diagramm

4.2.3 Drähte von Forestadent

4.2.3.1 Titanol Budget

Die nicht-thermobehandelten Bögen wiesen mittlere Kräfte von $F_{\text{bel.}} = 5,65 \text{ N}$ und $F_{\text{entl.}} = 1,22 \text{ N}$ auf. Bis ca. 350°C reagierten die Drähte nur gering/ gar nicht auf die Wärmebehandlung. Erst ab Glühtemperaturen von 350°C kam es bei allen drei Glühdauern zu geringeren Kraftabgaben. Ab 700°C erwies sich der Titanol Budget bei einer einminütigen Ofenbehandlung als weitgehend temperaturunempfindlich und kraftstabil. Ab 750°C trat ein starker Kraftanstieg von ca. $2,5 \text{ N}$ ein, verbunden mit dem Verlust der superelastischen Eigenschaften. Wie die Abbildung 37 zeigt, wiesen die fünf- und zehnminütigen Wärmebehandlungen ähnliche Kurvenverläufe auf. Der Verlust der superelastischen Eigenschaften konnte bei der fünfminütigen ab 650°C und bei der zehnminütigen Expositionsdauer ab 600°C verzeichnet werden.

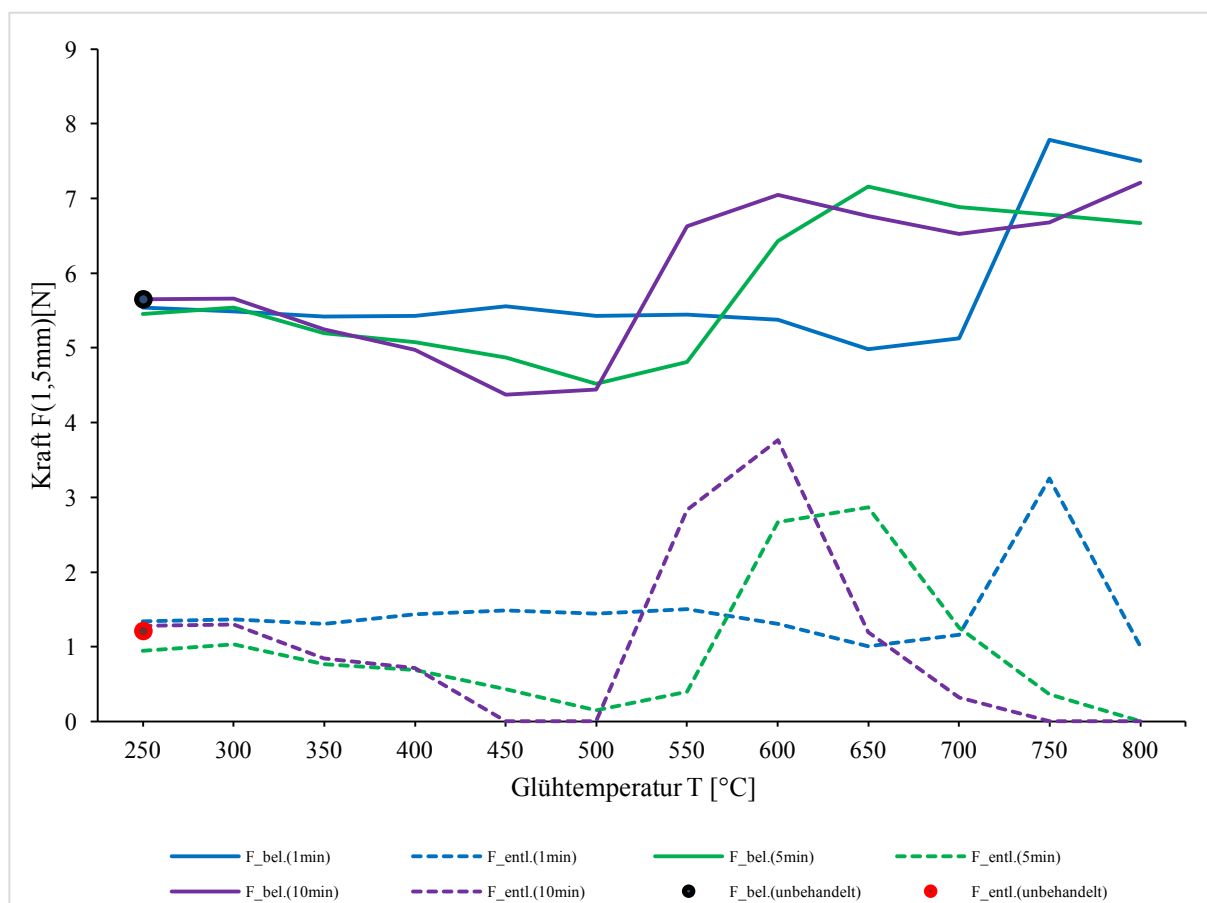


Abbildung 37: FD-TiBu, Kraft $F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm)-Glüh Temperatur T[°C]-Diagramm

4.2.3.2 Titanol Low Force

Die unbehandelten Drahtproben zeigten bei der Belastung eine mittlere Kraft von $F_{\text{bel.}} = 6,03 \text{ N}$ und bei der Entlastung von $F_{\text{entl.}} = 1,99 \text{ N}$. Die einminütige Wärmebehandlung rief bis 700°C nur geringfügige Änderungen der Kraftwerte hervor. Ab 750°C verloren die Proben ihre superelastischen Eigenschaften. Temperaturempfindlicher zeigte sich der Titanol Low Force bei den 5- und 10-Minuten-Glühdauer (Abbildung 38). Bei Temperaturen ab 550°C war hier ein starker Abfall des Kraftniveaus der Rücklaufkurven zu beobachten. Anders als bei den vorherigen Drähten, zeigten die 5- und 10-Minuten-Drähte bei geringeren Glüh Temperaturen ein höheres Kraftlevel als die 1-Minuten-Drähte. Der Verlust der superelastischen Eigenschaften trat bei der Fünfminütigen bei 650°C und der Zehnminütigen bei 600°C ein.

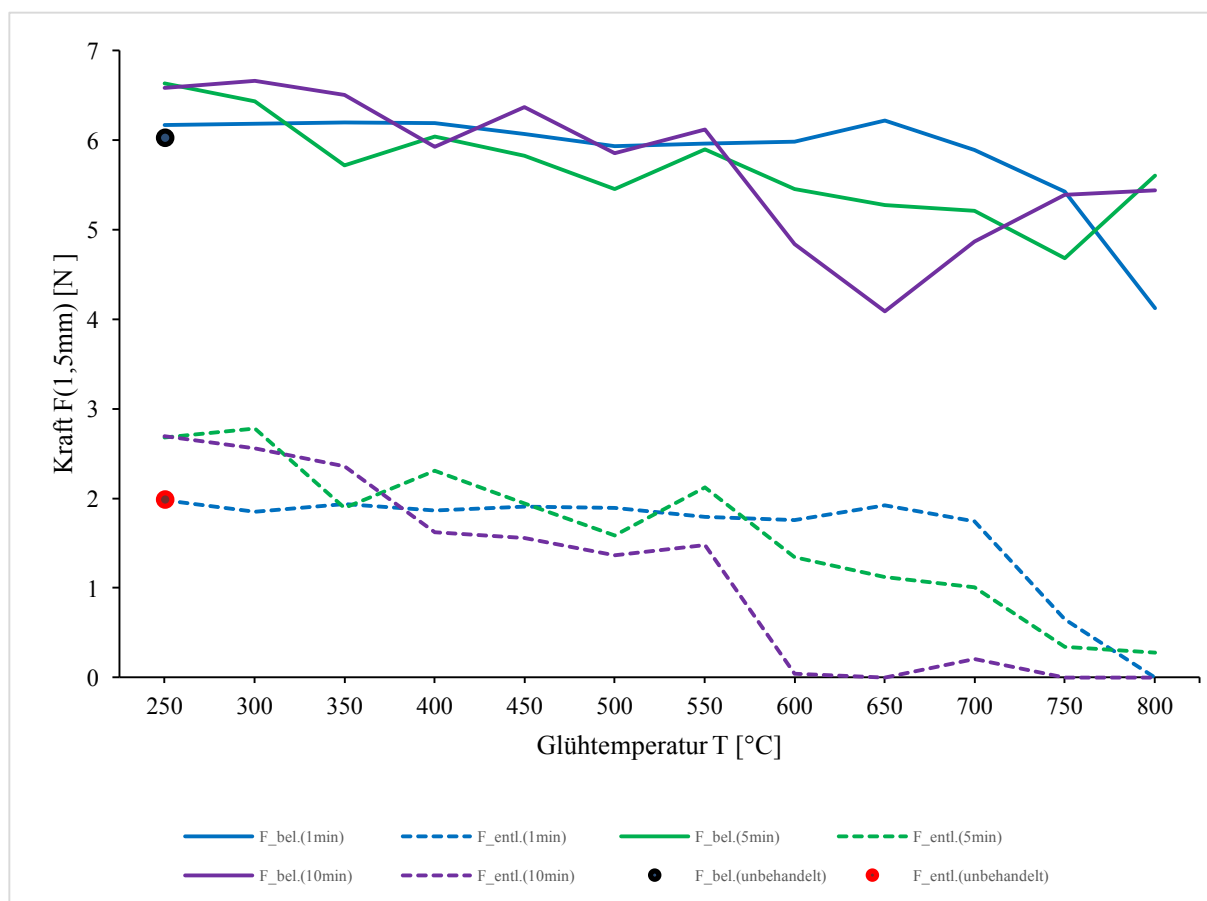


Abbildung 38: FD-TiLF, Kraft $F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm)-Glüh Temperatur T[°C]-Diagramm

4.2.3.3 Titanol Superelastic

Der Forestadent Titanol Superelastic Draht wies von allen unbehandelten Drähten die größte Kraft der Hinlaufkurve $F_{\text{bel.}} = 9,6 \text{ N}$ auf. Auch die Rücklaufkurve wies mit $F_{\text{entl.}} = 4,85 \text{ N}$ eine hohe Kraftabgabe auf. Insgesamt zeigten die Proben bis 550°C , unabhängig von der Glühdauer, ein relativ temperaturunempfindliches Verhalten. Die längeren Expositionsdauern führten jedoch zu geringeren Kraftwerten. Bei einer Glühdauer von einer Minute blieben die Kraftwerte für die Hin- und Rücklaufkurve konstant. Ab 750°C trat eine Senkung der Kraftabgabe der Rücklaufkurve ein, verbunden mit dem Verlust der superelastischen Charakteristika. Bei einer Glühdauer von fünf Minuten resultierte eine plastische Verformung bereits bei 650°C , bei zehn Minuten bereits bei 600°C . Nach dem Verlust der superelastischen Eigenschaften kam es zu einer kontinuierlichen Abnahme der $F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm) (Abbildung 39).

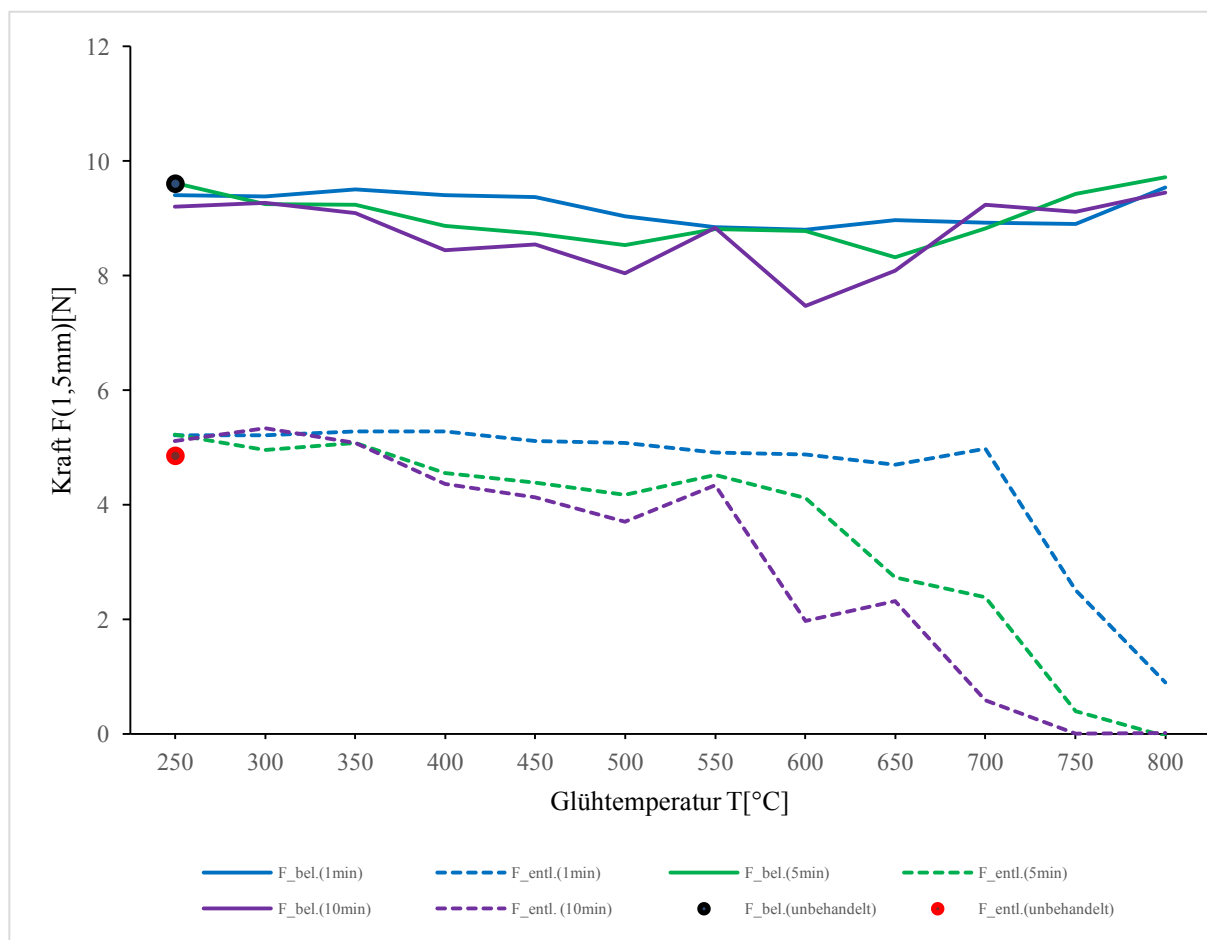


Abbildung 39: FD-TiSe, Kraft $F_{\text{bel.}}$ / $F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm)-Glühtemperatur T [°C]-Diagramm

4.2.4 Drähte von GAC

4.2.4.1 Neo Sentalloy 02-526-652

Im 3-Punkt-Biegeversuch zeigten die unbehandelten Drähte bei einer Wegstrecke von 1,5 mm bei der Belastungskurve eine mittelwertige Kraft von $F_{\text{bel.}} = 5,73 \text{ N}$ und bei der Entlastungskurve von $F_{\text{entl.}} = 1,15 \text{ N}$. Die getesteten 1-Minuten-Drähte erwiesen sich bis 700°C als äußerst temperaturunempfindlich und kraftstabil. Der Verlust der Superelastizität trat ab 750°C ein und ging einher mit einem Kraftanstieg von ca. $0,5 \text{ N}$ gefolgt von einem Kraftabfall (Abbildung 40). Die 5- und 10-Minuten-Drähte zeigten dieses Verhalten bei 650°C bzw. bei 600°C . Der Kraftanstieg fiel jedoch mit ca. $1,5 \text{ N}$ deutlich stärker aus. Auch hier führten längere Expositionsdauern zu einem Absenken der Kraftlevels.

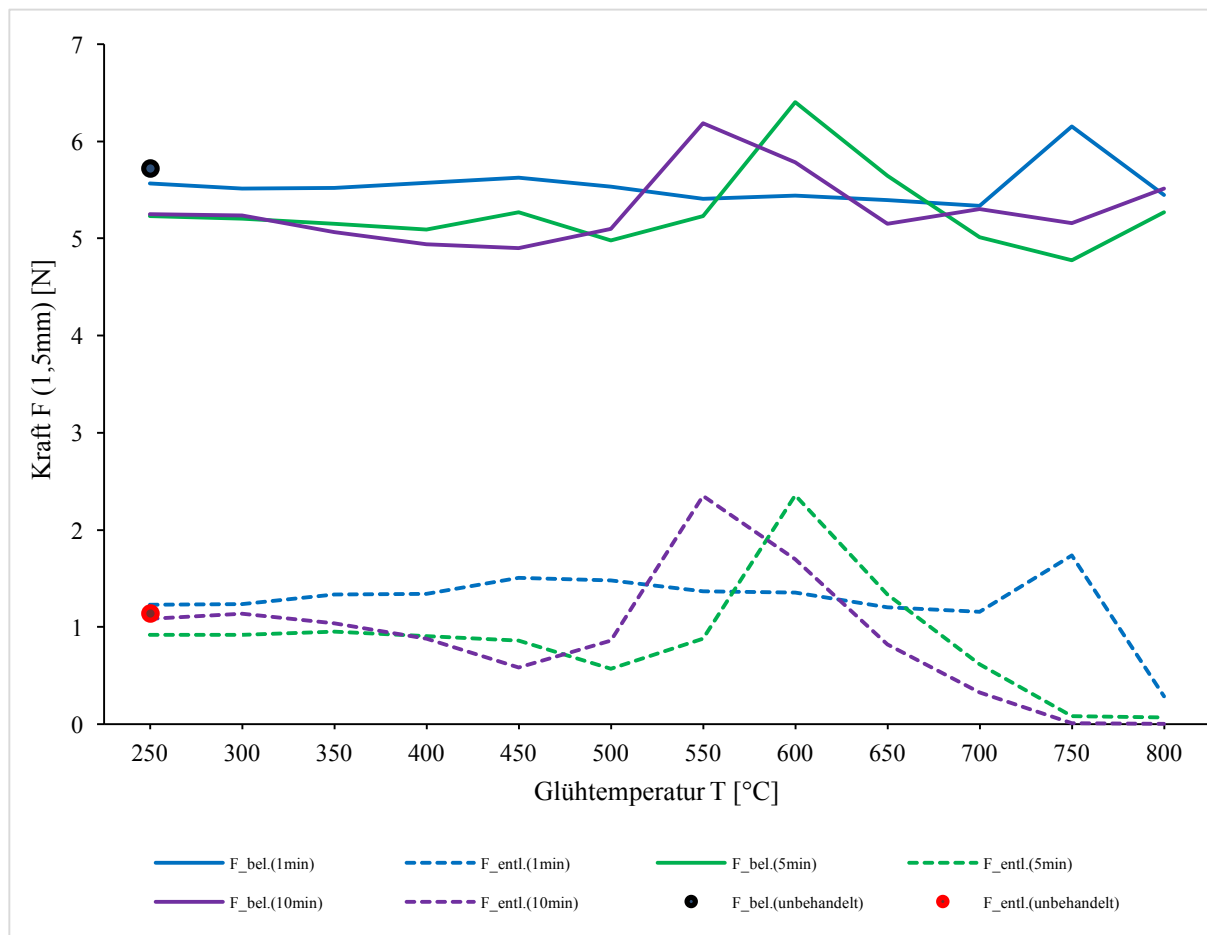


Abbildung 40: GAC-NS1, Kraft $F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm)-Glühtemperatur T [°C]-Diagramm

4.2.4.2 Neo Sentalloy 02- 523-653

Beim GAC Neo Sentalloy 02-523-653 wiesen die Drähte im Lieferzustand bei einer Auslenkung von 1,5 mm bei der Belastung eine mittelwertige Kraftabgabe von $F_{\text{bel.}} = 5,53$ N auf und bei der Entlastung von $F_{\text{entl.}} = 1,13$ N. Bei der 1-minütigen Glühdauer stellten sie sich als temperaturunempfindlich dar. Ab 750°C begann der plastische Zustand, zunächst begleitet von einem Kraftanstieg von ca. 1 N, mit einem darauffolgenden Kraftabfall (Abbildung 41). Dasselbe Kurvenverhalten zeigten die 5-Minuten-Proben bei 650°C und die 10-Minuten Drähte bei 600°C . Der Kraftanstieg fiel hier mit ca. 1,5 N deutlich höher aus. Betrachtete man die Kraftlevels aller Hersteller, so fiel auf, dass die Bögen der Firma GAC die geringsten Kraftabgaben aufwiesen.

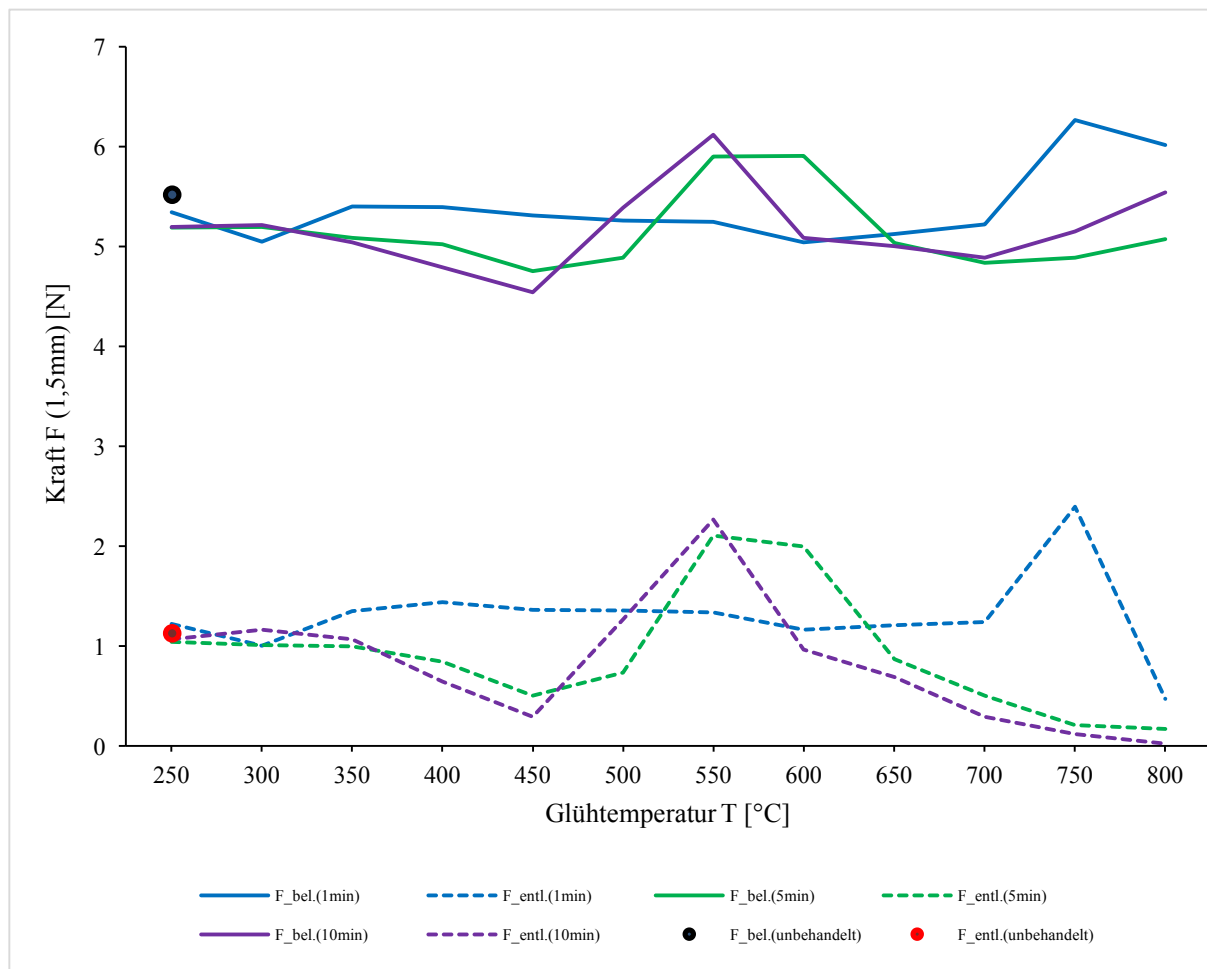


Abbildung 41: GAC-NS2, Kraft $F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm

4.2.5 Drähte von Ormco

4.2.5.1 Align SE200 LM NITI

Im Weg-Kraft-Diagramm zeigten die unbehandelten Drähte bei einer Wegstrecke von 1,5 mm bei der Belastung eine mittelwertige Kraftabgabe von $F_{\text{bel.}} = 7,70 \text{ N}$. Bei der Entlastung belief sich die Kraftabgabe auf $F_{\text{entl.}} = 3,78 \text{ N}$. Ein Verlust der superelastischen Eigenschaften trat bei der einminütigen Glühdauer bei 750°C , bei der fünfminütigen bei 650°C und der zehnminütigen bei 600°C ein. Nach dem Verlust der superelastischen Charakteristika kam es bei allen drei Glühdauern zu einer kontinuierlichen Kraftabnahme. Bis zum Verlust der superelastischen Eigenschaften bewirkte die einminütige Glühdauer nur geringfügige Änderungen des Kraftniveaus. Die 5-Minuten-Drähte zeigten bei 500°C eine Kraftsenke, wohingegen die 10-Minuten-Drähte die Senke bei bereits 450°C aufwiesen. Insgesamt reagierten die Proben erst ab 350°C stärker auf die durchgeführten Wärmebehandlungen (Abbildung 42).

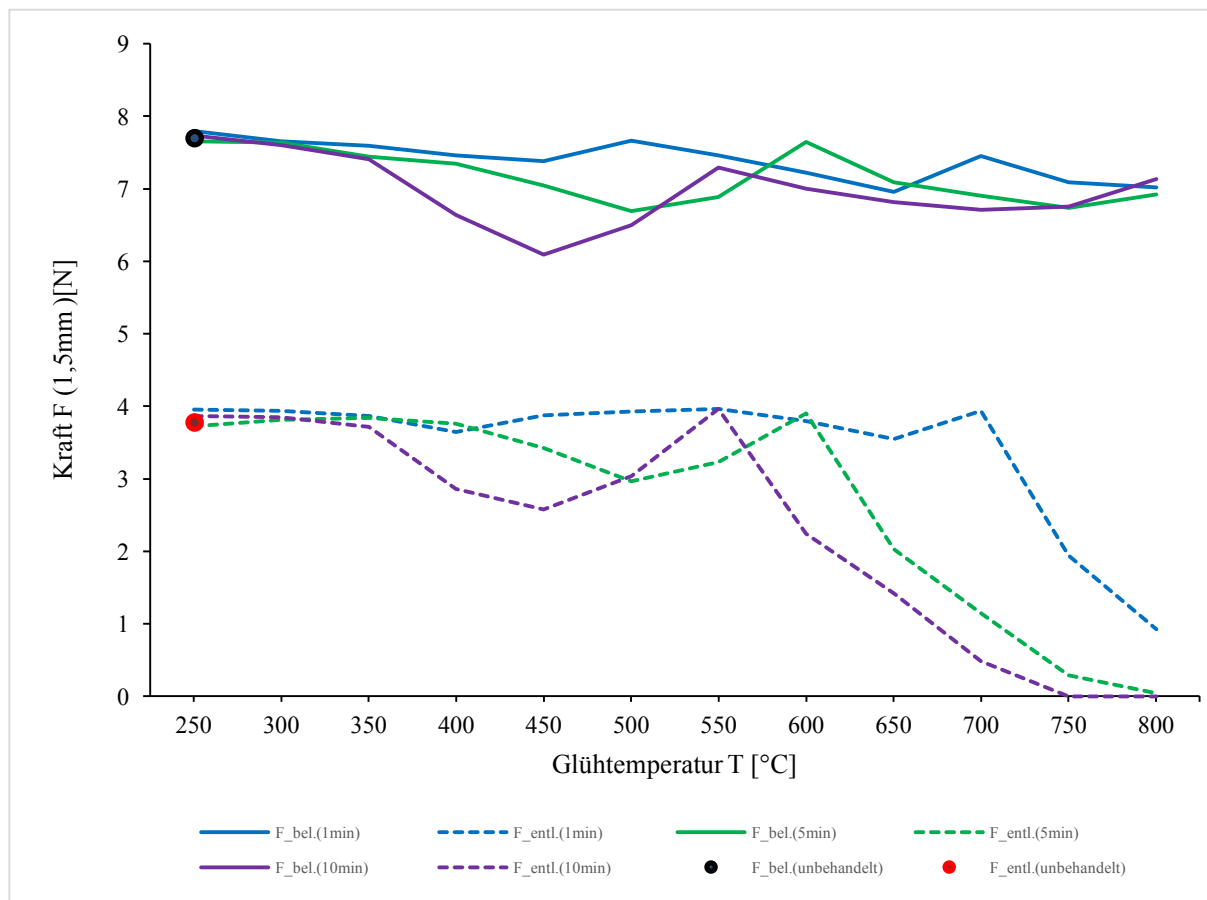


Abbildung 42: Ormco-ASE, Kraft $F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm

4.2.6 Drähte von RMO

4.2.6.1 FLI CuNiTi²⁷

Die Proben von FLI CuNiTi²⁷ zeigten im Lieferzustand eine Kraft von $F_{\text{bel.}}(1,5 \text{ mm}) = 5,34 \text{ N}$ und von $F_{\text{entl.}}(1,5 \text{ mm}) = 2,38 \text{ N}$. Bis 650°C erwiesen sich die 1-Minuten-Drähte als relativ kraftstabil, später kam es jedoch zu einem starken Kraftabfall. In der Entlastungskurve zeigten die 5-Minuten- und 10-Minuten-Drähte bis 500°C , bzw. 450°C konstante Kraftabgaben. Danach sank die Kraftabgabe stark ab und verharrte auf einem Kraftwert von 0 N . Die Belastungskurven der 5- und 10-Minuten-Drähte zeigten bei 650°C , bzw. bei 600°C starke Kraftsenken, gefolgt von kontinuierlichen Kraftanstiegen (Abbildung 43). Der Verlust der superelastischen Eigenschaften ergab sich bei den 1-Minuten-Drähten ab 750°C , bei den 5-Minuten-Drähten ab 600°C und bei den 10-Minuten-Drähten ab 550°C .

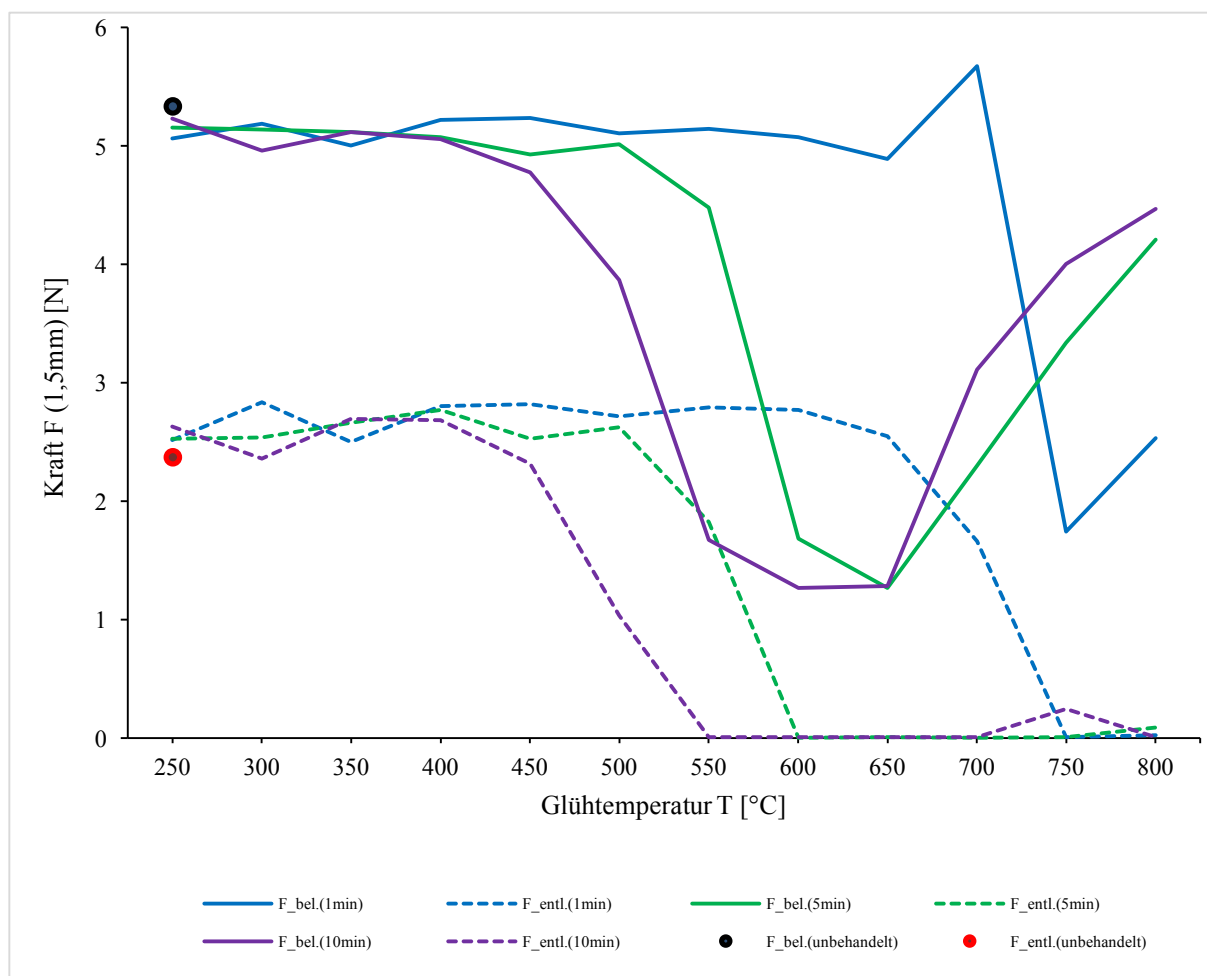


Abbildung 43: RMO-FLI27, Kraft $F_{\text{bel.}}/F_{\text{entl.}}(1,5 \text{ mm})$ -Glühtemperatur $T[^\circ\text{C}]$ -Diagramm

4.2.6.2 FLI CuNiTi³⁵

Im 3-Punkt-Biegeversuch zeigten die unbehandelten Drähte bei einer Wegstrecke von 1,5 mm bei der Belastung eine Kraft von $F_{\text{bel.}} = 4,86 \text{ N}$ und bei der Entlastung von $F_{\text{entl.}} = 1,96 \text{ N}$. Der Kurvenverlauf des FLI CuNiTi³⁵ ähnelte dem des FLI CuNiTi²⁷, wobei der FLI CuNiTi³⁵ einen etwas ruhigeren Kurvenverlauf aufwies. Ein Verlust der superelastischen Eigenschaften trat bei der einminütigen Glühdauer bei 750°C, bei der fünfminütigen bei 600°C und der zehnminütigen bei 550°C ein (Abbildung 44).

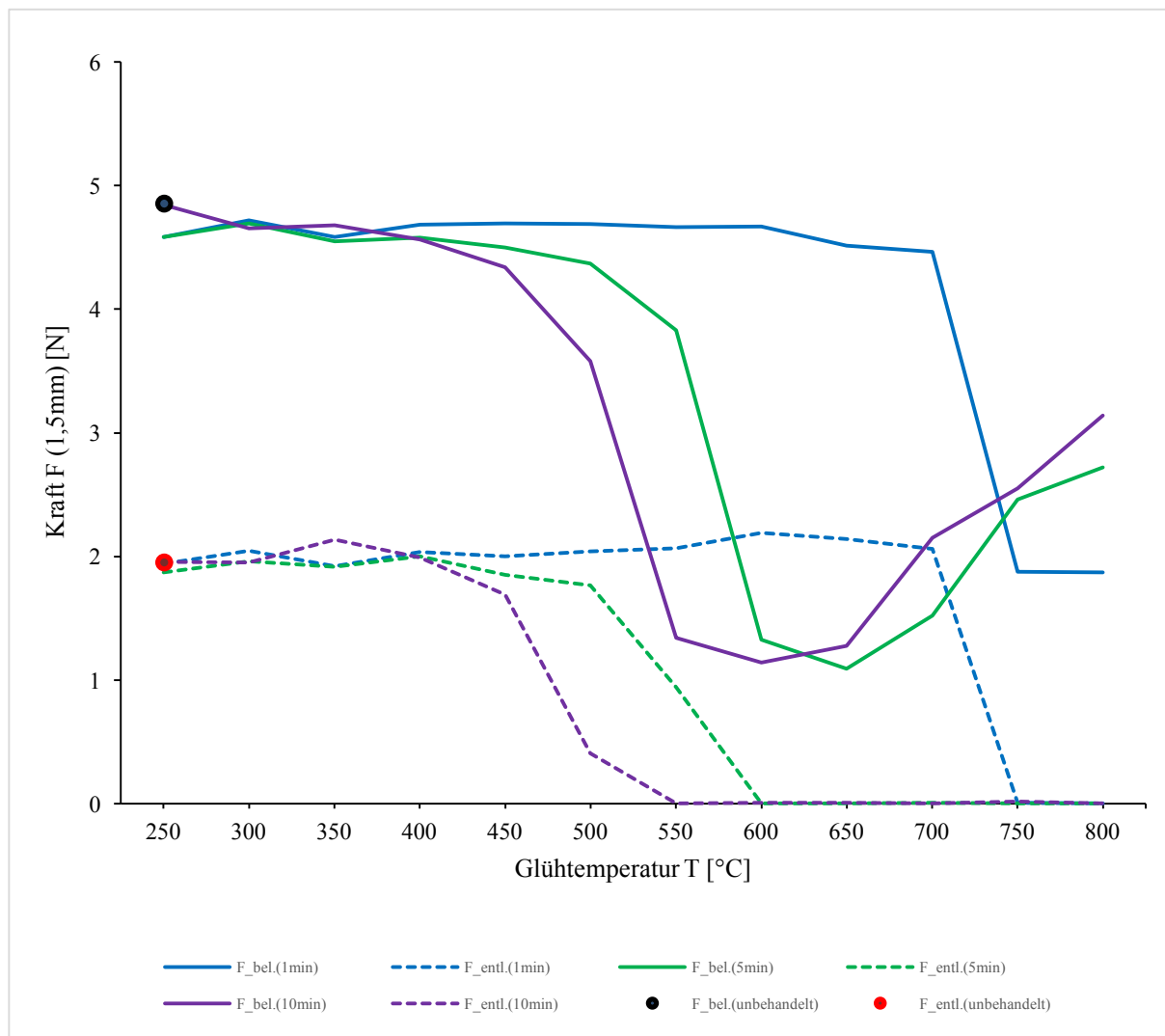


Abbildung 44: RMO-FLI35, Kraft $F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm)-Glüh Temperatur T [°C]-Diagramm

4.2.7 Drähte von 3M Unitek

4.2.7.1 Nitinol Classic

Bei der Belastung resultierte ein eine mittelwertige Kraft von $F_{\text{bel.}} (1,5 \text{ mm}) = 9,06 \text{ N}$ und bei der Entlastung von $F_{\text{entl.}} (1,5 \text{ mm}) = 5,57 \text{ N}$. Ein Verlust der superelastischen Eigenschaften trat bei der einminütigen Glühdauer bei 750°C , bei der fünfminütigen bei 600°C und der zehnminütigen bei 550°C ein. Bei den 1-Minuten-Drähten kam es ab 500°C zu einem kontinuierlichen, schwankungslosen Kraftabfall. Das gleiche Verhalten konnte man bei den 5-Minuten-Drähten ab 400°C und bei den 10-Minuten-Drähten ab 300°C beobachten. Die Kraftniveaus unterschieden sich bei den 5- und 10-Minuten-Drähten um ca. 1 N. Wie die Abbildung 45 zeigt, unterschieden sich die Kraftlevels der 10-Minuten-Drähte gegenüber denen der 1-Minuten-Drähte um bis zu 4 N.

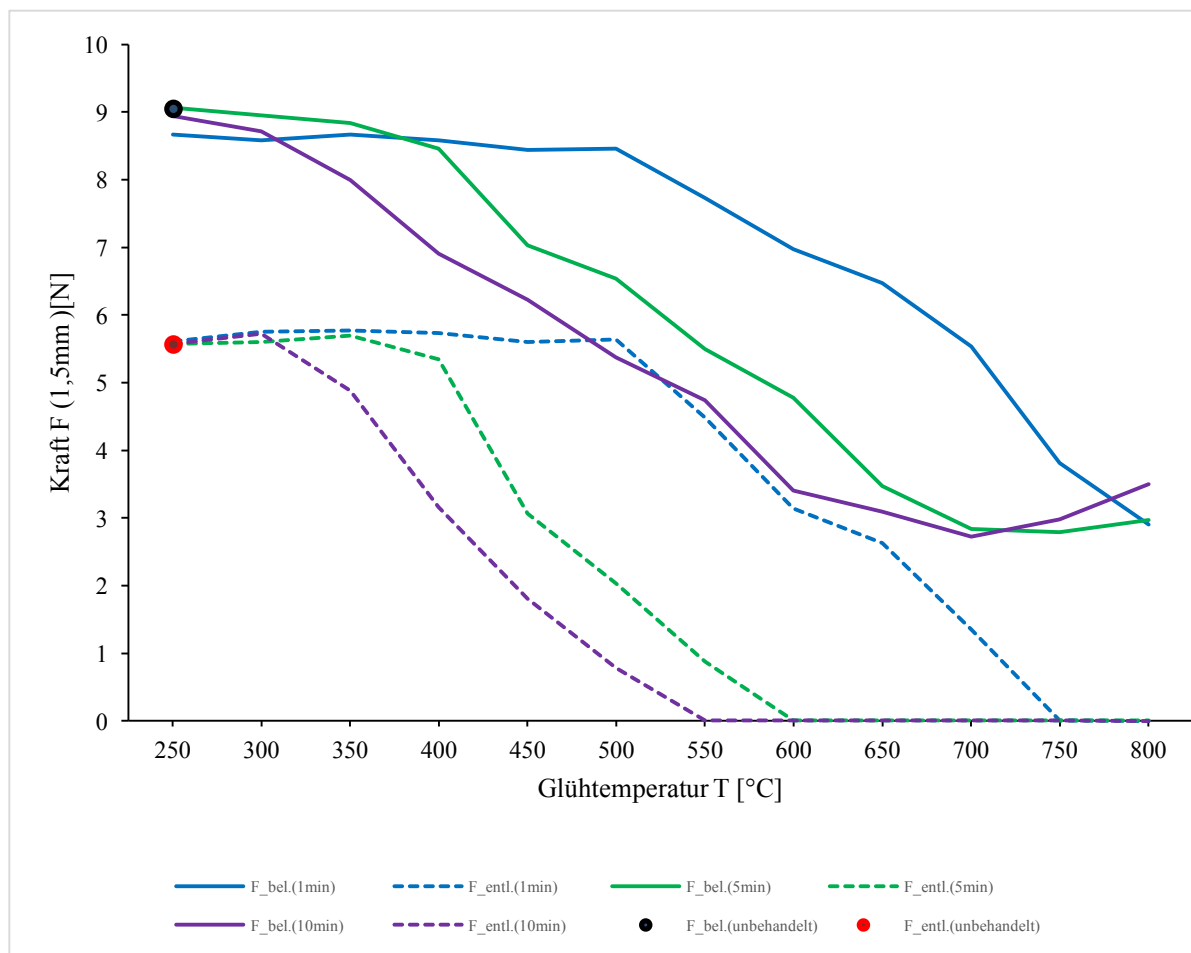


Abbildung 45: 3M-NC, Kraft $F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}} (1,5 \text{ mm})$ -Glühtemperatur $T [^\circ\text{C}]$ -Diagramm

4.2.7.2 Nitinol SuperElastic

Im 3-Punkt-Biegeversuch zeigten die unbehandelten Drähte bei einer Wegstrecke von 1,5 mm bei der Belastungskurve eine mittelwertige Kraft von $F_{\text{bel.}} = 8,45 \text{ N}$ und bei der Entlastungskurve von $F_{\text{entl.}} = 4,89 \text{ N}$. Ein Verlust der superelastischen Eigenschaften trat bei der einminütigen Glühdauer bei 750°C , bei der fünfminütigen bei 650°C und der zehnminütigen bei 600°C ein. Wie das horizontale Plateau in Abbildung 46 zeigt, erwies sich der Nitinol SuperElastic bis zum Verlust der superelastischen Eigenschaften als sehr temperaturunempfindlich und kraftstabil. Anders als bei den vorherigen Drähten bedingten hier längere Expositionsdauern bis ca. 550°C kein bzw. nur ein geringes Absenken der Kraftlevels.

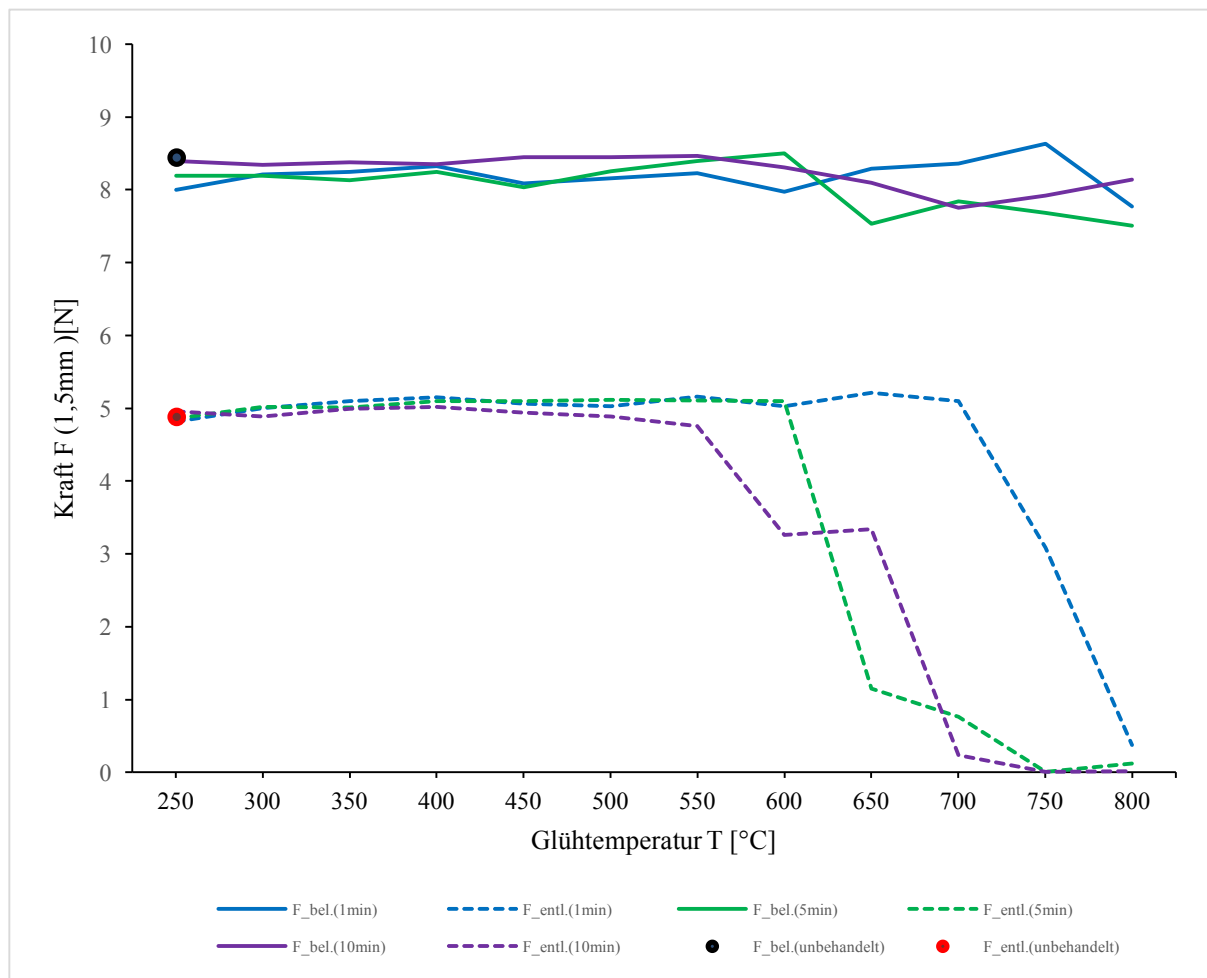


Abbildung 46: 3M-NSE, Kraft $F_{\text{bel.}}/F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm)-Glühtemperatur T[°C]-Diagramm

4.3 Ergebnisse des Lichtbandmikrometers

Die untersuchten Proben wiesen laut Herstellerangaben alle eine Dimension von 0,018 x 0,025 Inch auf. Umgerechnet ergab dies eine Dimension von 0,457 x 0,635 mm. Betrachtete man die herstellerseitigen mm-Angaben der Verpackungen, so fiel auf, dass lediglich die Hersteller GAC und RMO ihre mm-Werte auf die dritte Dezimalstelle genau angaben. Alle anderen gaben die gerundeten Werte von 0,46 x 0,64 mm an. Im Rahmen des Lichtband-Mikrometer- Versuchs zeigten die Drähte Titanol Low Force und Titanol Superelastic (Forestadent) die größten Abweichungen von ihren Sollwerten. Die Abbildungen 47 und 48 zeigen die errechneten Abweichungen von den Sollwerten (Herstellerangaben) für die Höhe und Breite aller untersuchten Proben.

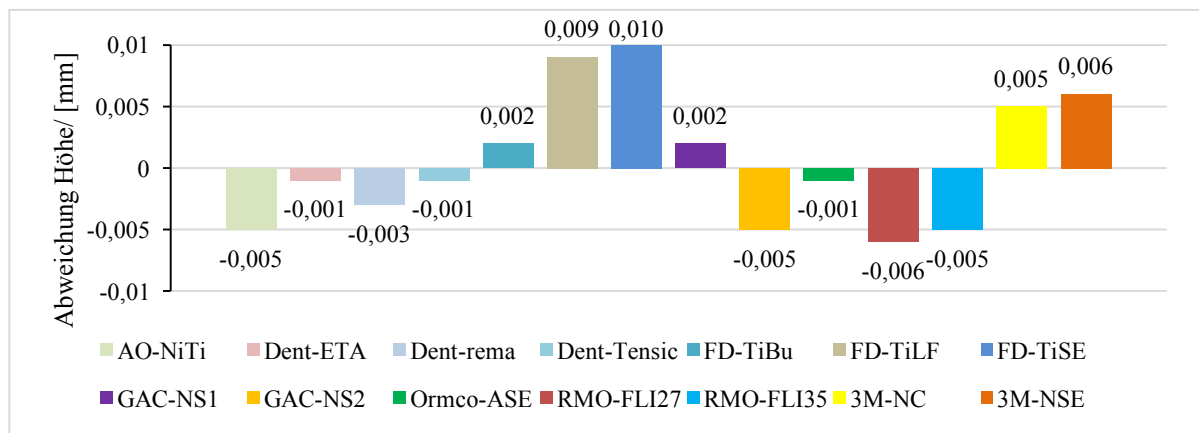


Abbildung 47: Abweichung (in mm) der Ist-Höhen (Messwerten) von den Soll-Höhen der Herstellerangaben: 0,457mm

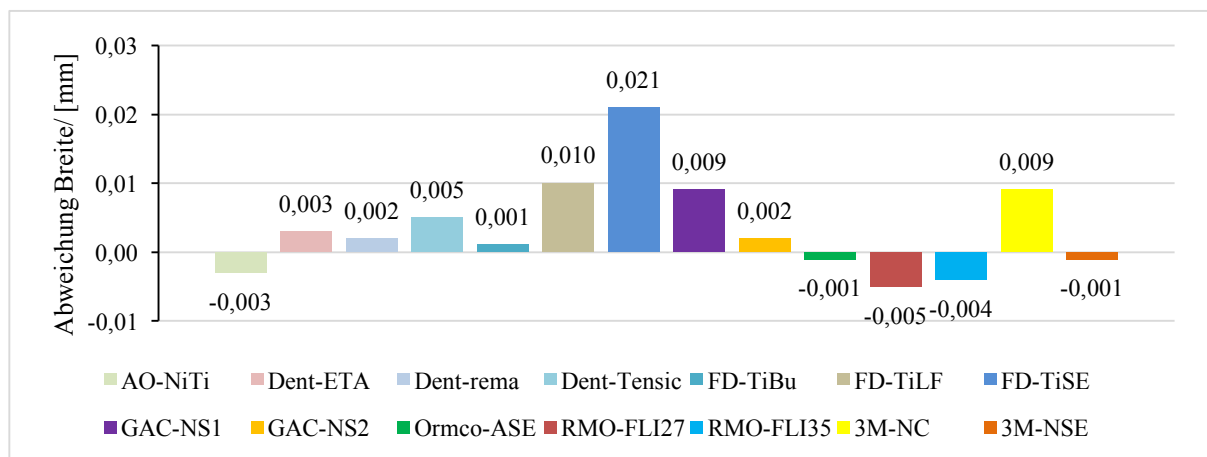


Abbildung 48: Abweichung (in mm) der Ist-Breiten (Messwerte) von den Soll-Breiten der Herstellerangaben: 0,635mm

5. Diskussion

5.1 Methodenkritik

In der vorliegenden Studie wurden die Einflüsse der thermomechanischen Formprogrammierung auf die Materialeigenschaften von 14 rechteckigen superelastischen Bögen mit einheitlicher Querschnittsfläche von 0.018 x 0.025 Inch getestet. Dabei ist es wichtig, einheitliche Bogendimensionen zu wählen, um einerseits gleiche Versuchsbedingungen zu schaffen und andererseits aussagekräftige Schlüsse auf das resultierende Kraftniveau ziehen zu können. Aufgrund der hohen Probenanzahl wurden die Bögen aus verschiedenen Packungen/Chargen entnommen. Mögliche Unterschiede zwischen den Chargen wurden im Rahmen dieser Studie, anders als in vorangegangenen Studien (Bellini et al. 2016), nicht weiter erörtert. Die verwendeten Drähte kommen in der frühen Behandlungsphase der Multibandtherapie zum Einsatz und zeichnen sich durch eine gute Kraftübertragung auf die Brackets und zudem durch eine gute Torquewirkung aus. Die Kombination aus geringer und konstanter Kraftapplikation, zusammen mit den gewünschten Zahnbewegungen und geringen Nebenwirkungen machen diese Drähte sehr interessant für den klinischen Alltag.

Für die Ermittlung der Probendimension stand das Lichtbandmikrometer zur Verfügung. Im Gegensatz zur elektronischen oder manuellen Messung, z.B. mittels Mikrometerschraube, stellt das Lichtbandmikrometer, gemäß Herstellerangaben, eine präzise Methode zur Bestimmung der Drahtdimension dar (Keyence 2016). Dies konnte durch mehrmaliges Messen einer Probe bestätigt werden. Dimensionsabweichungen konnten durch ein schräges Einbringen in das Lichtband hervorgerufen werden, was jedoch durch eine entsprechende justierte Vorrichtung zur Probenaufnahme verhindert werden konnte. Die für jeden einzelnen Draht mittels Lichtbandmikrometer ermittelten Werte wurden in die Prüfvorschrift des 3-Punkt-Biegeversuchs eingebracht. Alle anderen Studien haben im Vorfeld nicht die genauen Drahtdimensionen bestimmt und verwendeten für die Drahtdimensionen lediglich die Herstellerangaben.

In vergleichbaren Studien wurden die Drähte mit Hilfe des Memory-Makers erhitzt (Brauchli et al. 2011a). Der Memory-Maker ist im Grunde eine gepulste Stromquelle, wobei die Temperatur des Drahtes durch Anlegen des Stromes so lange erhöht wird, bis eine optische Veränderung, z.B. durch Farbumschlag, infolge der Oxidation, erzeugt wird. Als problematisch stellt sich jedoch die Verifizierung der exakten Temperaturen dar. Eine

ungefähre Temperaturaussage ist daher nur über die Erfahrungswerte bei der Farbe der Titanoxidschicht des Drahtes möglich (Forestadent 2003). In vorangegangenen Arbeiten wurde bei der Erhitzung in dentalen Öfen meist nur ein kleiner Temperaturbereich von 550 - 650°C (Brauchli et al. 2011a) bzw. 400 - 600°C (Bellini et al. 2016) untersucht, da erfahrungsgemäß genau in diesen Bereichen bei längeren Heizdauern ein Verlust der superelastischen Eigenschaften eintritt. Mögliche vorherige Änderungen der Materialeigenschaften bleiben jedoch unbemerkt. Um die Vergleichbarkeit dieser Studien mit der klinischen Praxis aufrecht zu erhalten, wurden in diesen Arbeiten (Bellini et al. 2016; Brauchli et al. 2011a) kurze Heizdauern gewählt, wobei es fraglich ist, ob es ausreichte den Draht maßgeblich in fünf Sekunden zu erhitzen. Ein besonderer Nachteil der Erhitzung mit dem Memory-Maker sind, neben der Ungenauigkeit der Temperaturablesung, auch die hohen erforderlichen Ströme: Diese führen bei geringen Abweichungen der Drahtabmessungen zu einer starken Veränderung der Stromdichte und damit zu erheblichen Temperaturtoleranzen.

Der in den Versuchen der vorliegenden Arbeit verwendete Keramikheizofen lieferte konstante Temperaturen. Auf ein Abschrecken in kaltem Wasser konnte aus werkstoffkundlicher Sicht verzichtet werden. Die Erhitzung im Ofen ist prozessseitig zwar nicht vergleichbar mit der direkten thermoelektrischen Behandlung durch den Memory-Maker, sie bietet jedoch den Vorteil der Reproduzierbarkeit der Versuchsbedingungen, insbesondere auch bei längerer Einwirkdauer. Vorangegangene Studien glühten die Drahtproben nur wenige Sekunden im Ofen, was sich praktisch als schwierig durchführbar darstellen kann (Brauchli et al. 2011a). Bei einer Glühdauer von zwei Sekunden ist es sehr fraglich, ob diese Expositionsdauer ausreichte, um ein vollständiges Durchwärmen des Drahtes zu erreichen und Änderungen der Mikrostruktur und den damit einhergehenden Eigenschaften herbeizuführen. Zudem kommt es beim Öffnen des Ofens zu einem Temperaturabfall, welcher über eine im Sekundenbereich liegende Expositionsdauer nicht mehr aufgeholt werden kann. Um eine gleichmäßige Erwärmung des formgebenden Werkzeugs sicherzustellen, wurde ein Werkzeug aus Messing verwendet, welches materialbedingt eine sehr gute Wärmeleitfähigkeit aufwies.

Der 3-Punkt-Biegeversuch stellt aufgrund seiner guten Reproduzierbarkeit eine Standardmethode bei der Erfassung mechanischer Eigenschaften von kieferorthopädischen Drähten dar DIN EN ISO 15841:2013 (Deutsches Institut für Normung (DIN) 2013). Er liefert Informationen über wichtige Materialkennwerte, wie das Kraftniveau und die Lage des superelastischen Plateaus, welches in der Entlastungskurve den Arbeitsbereich eines einligierten Drahtes darstellt. Um Vergleiche zwischen verschiedenen Studien durchführen zu

können, ist es notwendig einheitliche Versuchsbedingungen zu schaffen. Diese sind in der europäischen DIN-Norm ISO 14841 für kieferorthopädische Drähte definiert. Leider verweisen nur wenige Studien auf die Einhaltung dieser Normen (Bartzela et al. 2007; Bellini et al. 2016; Brauchli et al. 2011a). Um verlässliche Aussagen über Materialeigenschaften zu erhalten, sollten sich sowohl Bogenhersteller als auch Studien auf die europäische Norm beziehen. Im Rahmen der vorliegenden Studie wurde die europäische DIN-Norm eingehalten. Zu berücksichtigen ist jedoch die Tatsache, dass der Versuchsaufbau des 3-Punkt-Biegeversuchs nur bedingt auf die klinische Mundsituation übertragbar war. Andere Studien bemängelten die Vernachlässigung der klinisch auftretenden Reibung zwischen Bracket und Draht (Sakima et al. 2006). Aus werkstoffkundlicher Sicht ist der 3-Punkt-Biegeversuch nur bedingt geeignet, das Materialverhalten numerisch abzubilden, da der Versuch auf der konventionellen Elastomechanik beruht, die bei der Berechnung des E-Moduls von einem linear-elastischen Verhalten ausgeht. Dieses Verhalten ist bei den superelastischen NiTi-Legierungen im relevanten Plateau nicht gegeben und damit eine Anwendung der elastomechanischen Grundsätze streng genommen nicht indiziert. Aufgrund der Komplexität der mechanischen Modelle muss im Rahmen dieser Arbeit daher vereinfachend auf die lineare Elastizitätstheorie zurückgegriffen werden.

Des Weiteren wurden individuelle biologische Faktoren, wie vorhandene Knochenstrukturen oder biologische Prozesse der Zahnbewegungen, nicht in die Versuchsaufbauten miteinbezogen. Es ist zu betonen, dass das Interesse der vorliegenden Studie vor allem in materialwissenschaftlichen Veränderungen der Drähte lag.

Die Grundidee bei der Konzeption des Bewertungsmaßstabes für die Biegeversuche war es, die Qualität der F (1,5 mm)-Kurvenverläufe numerisch auszudrücken. Die Vergabe von Index-Werten war erforderlich, um die komplexen Kurvenverläufe bewerten zu können. Die dabei miteinfließenden, z.T. subjektiven Gewichtungen, waren unvermeidlich und von der Bedeutung in der kieferorthopädischen Behandlung abhängig. Folglich stellte der Bewertungsmaßstab eine Tendenz der Güte eines Drahtes und gleichzeitig eine subjektive Betrachtung dar.

5.2 Ergebnisdiskussion

5.2.1 Diskussion der Messungen der Bogendimension

Die Messungen der Bogendimensionen mittels Lichtbandmikrometer ergaben z.T. nicht unerhebliche Abweichungen von den Bogendimensionen 0.018x 0.025 Inch (=0,457 x 0,635 mm). Als Ursache für derartige Abweichungen kamen die gerundeten Herstellerangaben (0,46x 0,64mm) in Betracht, welche zu einer Vergrößerung des Toleranzspielraums führten. Dies ist aus verschiedenen Gründen kritisch zu bewerten:

- Ein Übermaß bei der Bogenhöhe h führt zu veränderten Friktionsbedingungen im Slot des Brackets, da der Bogen hier sehr stramm sitzen kann.
- Durch die Abweichungen von Höhe x Breite des Bogens ergeben sich z.T. sehr deutliche Toleranzen bei den errechneten Flächenträgheitsmomenten. Diese können sogar über 10 % betragen und wirken sich nach der Gleichung (vgl. Gleichung 1 und 2):

$$I_y = \frac{b \times h^3}{12} = \text{Flächenträgheitsmoment des Probenquerschnittes } [I_y] = \text{mm}^4$$

$$F_{el} = \frac{48 \times E \times f_{el} \times I_y}{L_s^3} = \text{gemessene Prüfkraft } [F_{el}] = N$$

direkt proportional auf die übertragene Kraft F_{el} aus (Abbildung 49).

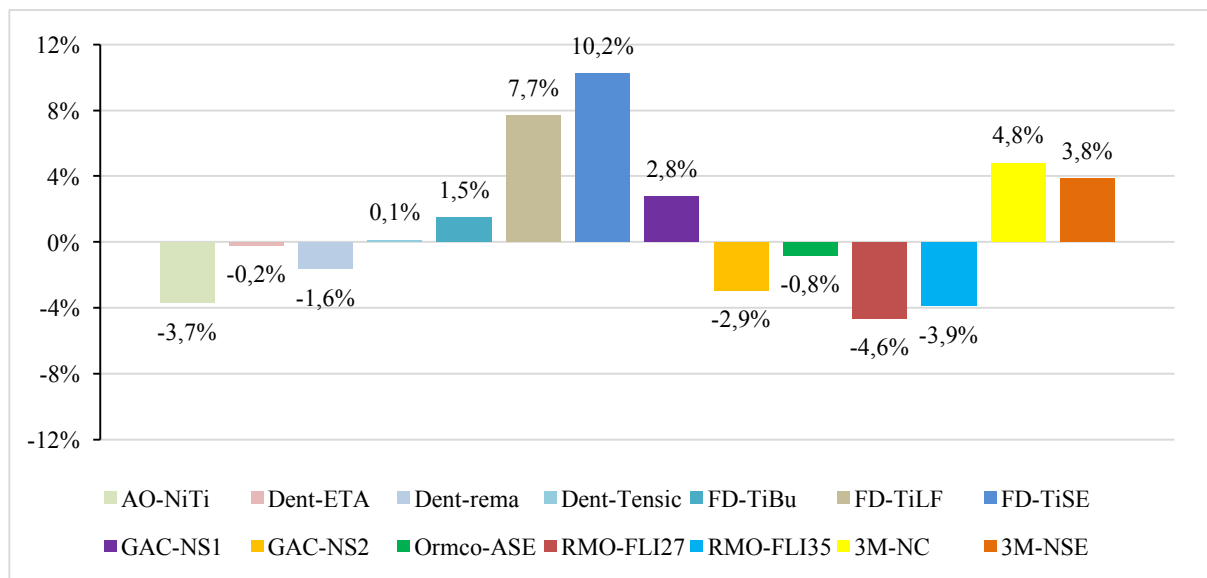


Abbildung 49: Einfluss der gemessenen Bogendimension auf das Flächenträgheitsmoment

Besonders auffällig sind die in der Abbildung 49 erkennbaren Abweichungen der Kraftniveaus der Drähte von Forestadent (Titanol Low Force und Titanol Superelastic), die mit annähernd 8% bzw. mit über 10% zu einer signifikant erhöhten Kraft während der Therapie führen. Dies ist insbesondere deshalb überraschend, weil die reinen geometrischen Abmessungen der Drähte im Vergleich zu den schwer messbaren mikrostrukturellen Eigenschaften während der Herstellung relativ leicht kontrollierbar sind. Vermutlich führen hoher Werkzeugverschleiß und Einsparungen bei der Wartung der Werkzeuge zu den gezeigten Abweichungen.

5.2.2 Diskussion des Winkelversuchs

Ziel der Wärmebehandlung im Ofen war es, eine vollständige Formannahme des Drahtes zu erreichen, ohne dabei Einbußen der Materialeigenschaften und speziell der superelastischen Eigenschaften hinnehmen zu müssen. Es war daher als positiv zu werten, wenn ein Draht bereits bei geringen Temperaturen eine vollständige Formannahme (= Biegewinkel $\beta = 180^\circ \pm 3^\circ$) aufwies und dies zudem in einem Temperaturbereich stattfand, in dem sich kein Verlust der superelastischen Eigenschaften vollzog. Bei der Individualisierung kieferorthopädischer Bögen ist eine vollständige Formannahme wünschenswert, um mehrmalige Biegungen und/oder Wärmebehandlungen zu vermeiden. Eine zuverlässige Formannahme verhindert so eine mögliche Materialermüdung, welche durch mehrmaliges Umbiegen/Überbiegung oder durch mehrmaliges Aufheizen entstehen kann.

Vollständige Biegungen traten bei der 1-Minuten-Glühdauer erst bei relativ hohen Temperaturen ein, wohingegen diese bei den fünf- und zehnminütigen Expositionsdauer bei deutlich geringeren Temperaturen zu beobachten waren. Es fiel auf, dass häufig nur ein kleiner Temperaturarbeitsbereich existierte, in dem einerseits die gewünschte Biegung einprogrammiert wurde und andererseits die superelastischen Eigenschaften des Drahtes vollständig erhalten blieben (=Arbeitsbereiche, grüne Bereiche, Abbildung 50).

Demnach erwiesen sich die Drähte Titanol Superelastic (Forestadent), Tensic (Dentaurum), FLI CuNiTi²⁷ (RMO) und Nitinol Classic (3M Unitek) als anwenderfreundlich. Wie aus der Abbildung 50 zu erkennen ist, wiesen sie bei allen drei Glühauern einen Temperaturbereich auf, in dem eine vollständige Formgebung erzielt werden konnte und zudem die superelastischen Eigenschaften erhalten blieben (=grüne Bereiche, Abbildung 50). Einen nichtvorhandenen Arbeitsbereich bei allen drei Glühauern zeigten die Drähte Nickel-Titanium (American Orthodontics) und der Neo Sentalloy 02-526-652 (GAC). Bei beiden

fielen die vollständigen Biegungen in den Bereich des Verlustes der superelastischen Eigenschaften (= rote Bereiche, Abbildung 50), was diese Drähte kieferorthopädisch unbrauchbar machen würde, sobald eine Individualisierung z.B. mittels Memory-Maker erforderlich wäre. Sie zeigten zudem schon vor einer vollständigen Formgebung den Verlust der superelastischen Eigenschaften (=rot schraffierte Bereiche, Abbildung 50). Auch anschaulich wurde aus dieser Abbildung deutlich, wie kritisch die Formanpassung bei den Nitinol Bögen eigentlich war: Dazu konnte man den Flächeninhalt der grün dargestellten Felder mit den Flächen der rot bzw. rotschraffierten Bereiche vergleichen: das Risiko einer falschen Wärmebehandlung war bei den meisten Materialien um ein Vielfaches höher, als die Wahrscheinlichkeit alles richtig zu machen.

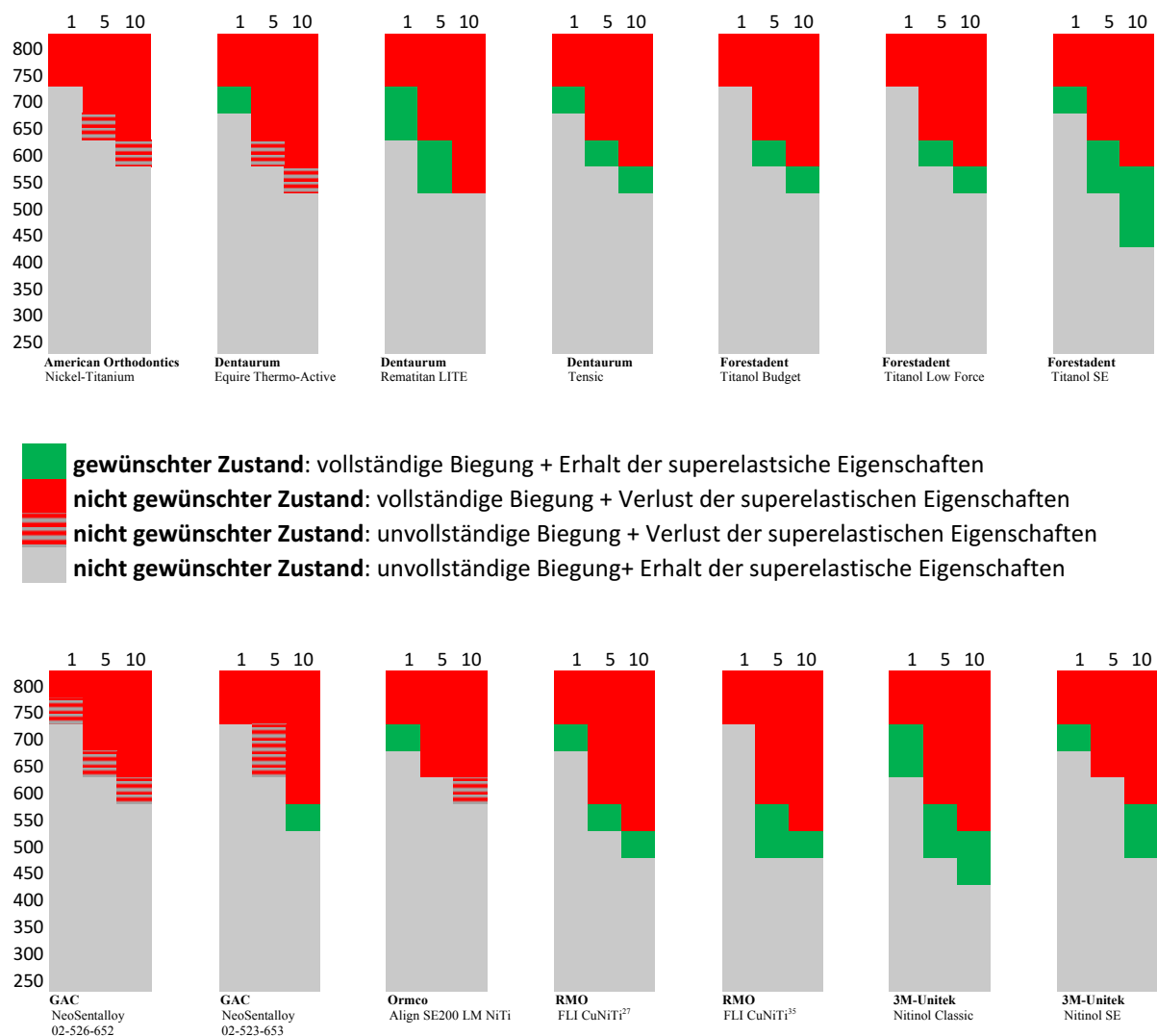


Abbildung 50: Darstellung des günstigen (grün) Arbeitsbereichs in Abhängigkeit von Glühdauer und -temperatur

Die Bewertung der Größe des Arbeitsbereichs über alle drei Glühzeiten zeigte eine deutliche Gesamtüberlegenheit des Titanol Superelastic (Forestadent) und des Nitinol Classic (3M Unitek). Das größte Temperaturfenster von 450°C- 600°C zeigte demnach der Titanol Superelastic (Forestadent) bei der 10-minütigen Expositionsdauer. Insgesamt zeigten die meisten Drähte nur schmale Toleranzbereiche (=Arbeitsbereiche) von 50°C, wie beispielsweise der Equire Thermo-Active (Dentaurum), Align SE200 LM NiTi (Ormco) oder der Neo Sentalloy 02- 526 -652 (GAC), in denen brauchbare Formprogrammierungen möglich waren. Dieses enge Temperaturfenster ist wiederum mit einer einfachen Vorrichtung wie dem Memory-Maker nur sehr schwer einzustellen, da eine direkte Temperaturkontrolle fehlt und nur eine indirekte Überwachung der Temperatur über die Anlassfarbe des Drahtes gegeben ist. Zudem führen Störgrößen (z.B. Einfluss ruhender vs. bewegter Luft) zu einer erheblichen Veränderung der Drahttemperaturen und zu Prozessabweichungen. Ein solch enges Temperaturfenster ist somit als kritisch zu bewerten.

Zusammenfassend lässt sich aus diesen Versuchen der Schluss ziehen, dass die Kombination aus längeren Heizdauern und geringeren Temperaturen wünschenswert ist, um die vollständige Formgebung sicherzustellen. Die Unterschiede zwischen der fünf- und zehnminütigen Wärmebehandlung fielen deutlich geringer aus, als die zwischen den 1 und 5 Minuten Wärmebehandlungen. Bei der zehnminütigen Glühdauer zeigten die Drähte Titanol Superelastic (Forestadent), Nitinol Classic (3M Unitek) und Nitinol Superelastic (3M Unitek) einen sehr günstigen Arbeitsbereich. Insgesamt brachten die fünf- und zehnminütige Expositionsdauer brauchbarere Ergebnisse als die einminütige.

Die Literatur hat bereits vielfach belegt, dass die Wärmebehandlung mit dem Memory-Maker oder dentalen Öfen zu teilweise unvorhersehbaren Änderungen der Materialeigenschaften bei den NiTi-Bögen führen kann (Brauchli et al. 2011a). Bei der patientengerechten individuellen Formanpassung mit dem Memory-Maker kann einerseits keine echte Temperaturkontrolle sichergestellt werden und andererseits kann nicht nachvollzogen werden, ob bereits ein teilweiser oder vollständiger Verlust der superelastischen Eigenschaften eingetreten ist. Der Winkelversuch hat exemplarisch gezeigt, dass zwischen den Herstellern und innerhalb der Produkte eines Herstellers teilweise große Unterschiede bezüglich des Arbeitsbereiches bestehen. Folglich ist es notwendig, dass jeder Hersteller bogenspezifische Vorgaben für die Wärmebehandlung angibt. Zudem sollte der Memory-Maker hinsichtlich der Möglichkeit einer Temperaturkontrolle verbessert werden. Dies könnte beispielsweise mit Hilfe einer Infrarotkamera verwirklicht werden, die mit einer Software gekoppelt automatisch den

Stromfluss unterbricht oder sogar regelt, sobald eine bestimmte Temperatur oder Haltedauer erreicht wurde.

5.2.3 Diskussion des Biegeversuchs

Der 3-Punkt-Biegeversuch lieferte bei allen unbehandelten Proben den erwarteten Kurvenverlauf eines superelastischen Drahtes. Da in der Multibandtherapie die Plateauphase der Entlastungskurve für therapeutische Zwecke genutzt wird, wurde ein spezielles Augenmerk auf das Plateau der Entlastungskurve gelegt und die markanten Punkte $F_{\text{entl.}}$ (1,5mm) analysiert. Gewählt wurde diese Auslenkung, ähnlich wie in anderen Studien, da sich dieser Punkt bei allen Proben im Plateaubereich befand und somit Vergleiche zuließ. Im Rahmen dieser Studie erwies sich diese Festlegung ebenfalls als sinnvoll.

Verglich man die 1-, die 5- und die 10-Minuten-Kurven so fiel auf, dass bei geringen Temperaturen von ca. 350°C, alle drei Kurven ein ähnliches Kraftniveau aufwiesen. Erst bei mittleren Temperaturen von 350°C bis 550°C wiesen die 5- und 10- Minuten-Kurven deutlich geringere Kraftwerte auf. Längere Glühdauern zeigten bereits bei geringeren Temperaturen den Verlust des superelastischen Verhaltens (= plastischer Zustand).

Die getesteten Drähte ließen sich in zwei Gruppen einteilen:

1. Drähte, welche bis zum Übergang in den plastischen Zustand relativ stabile Kraftwerte $F_{\text{entl.}}$ (1,5 mm) aufwiesen und erst im plastischen Zustand mit einem Kraftabfall reagierten. Hierzu ließen sich die Drähte Nickel-Titanium (American Orthodontics), rematitan „LITE“ (Dentaurum), Titanol Low Force (Forestadent), Titanol Superelastic (Forestadent), Align SE200 LM NiTi (Ormco) und die Drähte der Firmen RMO und 3M Unitek einordnen. Die stabilen Kraftverhältnisse machten diese Drähte anwenderfreundlich.
2. Andererseits zeigte eine zweite Gruppe vor dem Übergang in den plastischen Zustand Kraftspitzen, gefolgt von Kraftabfällen. Hierzu zählten die Drähte Equire Thermo-Active (Dentaurum), Tensic (Dentaurum), Titanol Budget (Forestadent) und die Drähte der Firma GAC. Dies deutete auf mikrostrukturelle Änderungen im Werkstoff hin, die sich jedoch im Rahmen dieser Arbeit nicht weiter analysieren ließen. Im klinischen Alltag könnten diese Kraftanstiege negative Nebenwirkungen, wie Resorptionen hervorrufen, da dieser Anstieg meist in den von den Herstellern definierten Programmierungsbereich zwischen 400-600°C fiel (Forestadent 2003).

Um die komplexen Kurvenverläufe der F (1,5 mm) qualitativ vergleichen zu können, wurde eine numerische Bewertungsmatrix für die Biegeversuche entwickelt. Gemäß dem gewählten Schema, wies ein idealer Draht mit einer guten Bewertung folgende Merkmale auf:

- Ein geringes Entlastungs- und Belastungsniveau, um parodontale Schäden möglichst gering zu halten.
- Stabile Kraftwerte bis in hohe Temperaturbereiche. Dies bringt zum Ausdruck, dass ein Draht bezüglich seiner mechanischen Eigenschaften unempfindlich gegenüber Wärmebehandlungen reagierte.
- Einen möglichst flachen (nicht steilen Kraftabfall) bei hohen Temperaturen bzw. bei langer Haltedauer, was bedeutet, dass die Drähte bei zu hoher Erwärmung tolerant reagieren und keinen raschen Kraftabfall verursachen.
- Einen monotonen Kurvenverlauf mit wenigen Schwankungen, da jede Änderung der Kraft zu unzureichenden kieferorthopädischen Ergebnissen führen könnte. Zu geringe Kräfte können die Therapie unnötig verlängern, wohingegen zu hohe Kräfte parodontalen Nebenwirkungen, wie Wurzelresorptionen oder Fenestrierungen hervorrufen können.

Betrachtet man die Scores der einzelnen Drähte, so fällt auf, dass keiner der getesteten Drähte den maximal erzielbaren Gesamtscore von 114 erreichen konnte. Tabelle 6 gibt eine Übersicht der erzielten Scores und der Gesamtscores. Die prozentuale Angabe des Gesamtscores bezog sich auf den maximal erzielbaren Score von 114 Punkten. Die Scorewerte für die fünf- bzw. zehnminütige Glühdauer lagen deutlich unter denen der einminütigen. Der Score verdeutlicht ferner, dass sich die einminütige Glühdauer am wenigsten auf die Materialeigenschaften auswirkte. Demnach wurden die höchsten Scores vom Titanol Low Force (Forestadent), FLI CuNiTi³⁵ (RMO) und den Drähten von GAC erreicht. Ein temperaturunempfindlicher Draht sollte idealerweise bei allen drei Glühtemperaturen ähnliche Scores erreichen. Diese Anforderung wurde von den Produkten Nickel-Titanium (American Orthodontics), rematitan „LITE“ (Dentaurum) und Titanol Superelastic (Forestadent) am besten erfüllt.

Tabelle 6: Erzielte Scores /Gesamtscores aller Drähte beim 3-Punkt-Biegeversuch.

Hersteller	Produktname	Score je nach Expositionsdauer			Gesamtscore	Gesamtscore [%]
		1 min	5 min	10 min		
American Orthodontics	Nickel-Titanium	25	25	25	75	65,8%
Dentaurum	Equire Thermo-Active	24	16	13	53	46,5%
Dentaurum	rematitan „LITE“	23	25	23	71	62,3%
Dentaurum	Tensic	27	19	18	64	56,1%
Forestadent	Titanol Budget	26	21	17	64	56,1%
Forestadent	Titanol Low Force	33	25	24	82	71,9%
Forestadent	Titanol Superelastic	23	24	24	71	62,3%
GAC	Neo Sentalloy 02-526-652	34	28	28	90	78,9%
GAC	Neo Sentalloy 02-523-653	33	25	23	81	71,1%
Ormco	Align SE200 LM NiTi	27	25	22	74	64,9%
RMO	FLI CuNiTi ²⁷	27	20	19	66	57,8%
RMO	FLI CuNiTi ³⁵	34	21	21	76	66,6%
3M Unitek	Nitinol Classic	22	18	18	58	50,9%
3M Unitek	Nitinol SuperElastic	23	21	26	70	61,4%

Ziel der Versuche war es, durch die thermomechanische Behandlung die vorgegebene Form zu erreichen, ohne die mechanischen Eigenschaften der orthodontischen Bögen wesentlich zu beeinflussen. Bezieht man die erreichten Scores des 3-Punkt-Biegeversuchs auf die Ergebnisse des Winkelversuchs, so zeigte sich, dass die Drähte mit den nützlichsten Arbeitsbereichen des Winkelversuchs nicht zwangsläufig die besten Ergebnisse im Biegeversuch aufwiesen. So erzielte einerseits der Neo Sentalloy 02-526-652 (GAC) den höchsten Score-Wert von 90, andererseits wies dieser im Rahmen des Winkelversuchs einen schlechten Arbeitsbereich auf. Betrachtete man die Ergebnisse der Formgebung und die des Biegeversuchs parallel, so erwiesen sich der Titanol Low Force (Forestadent) am besten für die thermomechanische Formgebung geeignet. Gute Ergebnisse wiesen u.a. rematitan „LITE“ (Dentaurum) und der FLI CuNiTi³⁵(RMO) auf. Zusammenfassend lässt sich aus dieser Studie der Schluss ziehen, dass bei der thermomechanischen Formgebung eine gute Material- und Verarbeitungkenntnis vorliegen sollte, um Eigenschaftseinbußen

weitestgehend zu vermeiden. Zum einen wiesen die orthodontischen Bögen vieler Hersteller nur einen geringen Arbeitsbereich auf, was bedeutet, dass die vollständige Formgebung nur in einem schmalen Temperaturbereich durchgeführt werden kann. Zum anderen wünscht der Behandler einen „idealen Draht“, welcher trotz Wärmebehandlungen konstante Eigenschaften aufweist. Diese Anforderungen sind zum einen aus medizinischen Aspekten für den Patienten und zum anderen aus wirtschaftlichen Aspekten als wichtig einzuordnen. Am anwenderfreundlichsten erwiesen sich der Titanol Low Force (Forestadent), rematitan „LITE“ (Dentaurum) und der FLI CuNiTi³⁵(RMO). Bei ihnen kann einerseits innerhalb eines guten Toleranzbereichs die gewünschte Form einprogrammiert werden, ohne den plastischen Zustand anzunehmen, bzw. die superelastischen Eigenschaften einzubüßen, andererseits zeigten sie bei allen drei Temperaturen relativ konstante Kraftlevels auf. Aus der Literatur war bereits bekannt, dass Glühtemperaturen von 600°C mit einer Ofenexpositionsdauer von einer Stunde zum Verlust der superelastischen Eigenschaften führten. Anhand von Transmissionselektronenmikroskopen wurde dies auf die Anhäufung von nickelreicher Ausscheidungen zurückgeführt. Temperaturen von 400°C führten, ähnlich wie bei unseren Versuchen, zu einem geringen Abfall des Kraftlevels (Bellini et al. 2016). Bei uns zeigten sich deutliche Unterschiede zwischen den Herstellern, welche am wahrscheinlichsten auf die Materialzusammensetzung und auf die Fertigungsprozesse zurückzuführen waren. Aufgrund der ungenauen Angaben der Materialzusammensetzungen und der fehlenden Angaben über die Fertigungsprozesse konnte diese Tatsache jedoch nicht weiter erörtert werden. Die Veränderung der Materialeigenschaften und der Verlust der superelastischen Eigenschaften waren in vorangegangenen Studien auf mikrostrukturelle Prozesse im Werkstoff zurückzuführen, wobei die vorhandenen Ausscheidungen durch Diffusion im Werkstoff stetig wuchsen. (Bellini et al. 2016; Gall et al. 2005; Mehrabi et al. 2009). Dabei waren sowohl längere Glühdauer, als auch höhere Temperaturen die entscheidenden Parameter für das Ausscheidungswachstum. Da die Ausscheidungen vom Typ Ni₂Ti nickelreich waren, verarmte die umliegende Matrix an Nickel. Dies war gleichbedeutend mit einem Anstieg der Umwandlungstemperaturen, sowie mit der Änderung der Plateauhöhe (Stöckel 2001).

Im Rahmen der vorliegenden Studie wurde der Einfluss der Wärmebehandlung, bestehend aus Glühdauer t [min] und Glühtemperatur T [°], auf die Umwandlungstemperaturen der Materialien nicht berücksichtigt. Bei NiTi-Legierungen trat diese Umwandlung beim Anlegen einer äußeren Kraft immer dann ein, wenn ein bestimmtes Kraftniveau (= Plateauspannung) erreicht wurde. Die Höhe dieses Plateaus veränderte sich jedoch bei gleichbleibender Prüftemperatur $T_{\text{Prüf}}$ mit der Veränderung der Umwandlungstemperatur A_f (= Ende der

Umwandlung). War $T_{\text{Prüf}} - A_f$ gering, so war bei gleichem Material auch die Plateauhöhe geringer. Umgekehrt galt auch, dass die Plateauhöhe anstieg, wenn $T_{\text{Prüf}} - A_f$ größer wurde. Der superelastische Effekt wurde unvollständig, sobald für $T_{\text{Prüf}} - A_f < 0$ galt. Die A_f -Temperatur wurde jedoch durch eine Wärmebehandlung im hier relevanten Temperaturfenster beeinflusst. Daher stellte man diese Zusammenhänge in der Literatur häufig mittels TTT-Diagrammen (Time-Temperature-Transformation), vgl. Abbildung 8, dar (Pelton et al. 2000). Ähnlich wie bei den hier durchgeführten Untersuchungen wurde festgestellt, dass der bei der längeren Glühdauer bzw. höheren Temperaturen auftretende Anstieg der A_f -Temperatur zu einem Abfall der Plateauhöhe und schließlich auch zu einem (teilweisen) Verlust der superelastischen Eigenschaften führte, wenn das Kriterium $T_{\text{Prüf}} - A_f < 0$ erfüllt war (Pelton et al. 2000). Aufgrund der mangelnden Kontrollierbarkeit und der Entstehung von unvorhersehbaren Kraftniveaus bei der Wärmebehandlung wurde bereits die Kaltverformung als Chairside-Methode vorgeschlagen, da hier die Kraft meist der des Ursprungszustandes entsprach (Brauchli et al. 2011a). Jedoch hatten auch in dieser vorangegangenen Studie die auftretenden plastischen Verformungen eine Veränderung der Materialeigenschaften zur Folge.

5.3 Ausblick

Die Draht-Individualisierung wird derzeit mit Hilfe des Memory-Makers vorgenommen. Diese Methode birgt jedoch das Risiko die Materialeigenschaften unvorhersehbar zu verändern. Das größte Problem des Memory-Makers stellt derzeit die schwierige Temperaturkontrolle dar. Die Programmierung hängt vor allem vom eingestellten Stromfluss, der Frequenz und dem Abstand der Zangen ab, die den elektrischen Strom in den Draht einleiten. Unsere Studie hat ergeben, dass häufig nur ein schmaler Bereich vorliegt, in dem einerseits die Materialeigenschaften erhalten bleiben und zudem die gewünschte Form zuverlässig einprogrammiert werden kann. Die in dieser Studie durchgeführte thermomechanische Behandlung stellt lediglich ein Modell dar, welches nicht unmittelbar auf den klinischen Alltag übertragbar ist. Um die Anwenderfreundlichkeit des Memory-Makers zu verbessern, müssten anhand von experimentellen Studien drahtspezifische Einstellungen für jede Drahtsorte vorgenommen werden können. Dabei wäre eine Software denkbar, welche die eingespeicherten Materialzusammensetzungen und Eigenschaften bei Eingabe des Produkts erkennt und eine computergestützte Programmierung des Drahtes vornimmt. Zudem

sollte der Einfluss von Störgrößen minimiert werden. Denkbar wäre außerdem eine direkte Temperaturüberwachung mittels Infrarotkamera.

6. Zusammenfassung

Superelastische Nickel Titan Legierungen finden in der Kieferorthopädie vor allem im Rahmen der Multibandtherapie eine häufige Anwendung. Die Superelastizität beschreibt dabei ihr Verhalten im Spannungs-Dehnungs-Diagramm: Sie weisen in ihrem Plateaubereich, trotz einer zunehmenden Verformung, ein nahezu konstantes Kraftniveau auf. Um eine individuelle Patienten Anpassung zu erreichen, werden die NiTi-Bögen thermoelektrisch mit Hilfe des Memory-Makers modifiziert. Dabei kommt es zu einer segmentweisen Änderung der Materialeigenschaften. Das Problem dieser Methode besteht darin, dass es derzeit keine effektive Zeit- und Temperatur-Kontrollmethode bei der Formprogrammierung der Drähte gibt.

Ziel der vorliegenden Studie war es, die ideale Glühdauer-Glüh Temperatur-Kombination zu erörtern, um eine vorgegebene Form in einen superelastischen NiTi-Draht einzuprogrammieren, ohne Einbußen der superelastischen Eigenschaften oder nachteilige Änderungen der Materialeigenschaften hinnehmen zu müssen.

Im Rahmen dieser Studie wurden 14 rechteckige 0.018 x 0.025 Inch Bogenmaterialien von sieben verschiedenen Herstellern herangezogen. Die geraden Anteile der Bögen wurden in speziell hergestellte Formschablonen eingespannt und im Ofen für eine, fünf oder zehn Minuten erhitzt. Die Ofentemperatur wurde dabei in 50 Grad Schritten von 250°C auf 800°C gesteigert. Nach Entnahme der Bögen aus den Formschablonen wurde die entstandene Verformung anhand des entstandenen Winkels gemessen. Die materialspezifischen Eigenschaften der wärmebehandelten Drähte wurden anschließend mit Hilfe eines 3-Punkt-Biegeversuch ermittelt. Die Prüfsoftware brachte eine grafische Auswertung anhand von Weg-Kraft-Diagrammen. Die markanten Wegpunkte bei einer Auslenkung von $s = 1,5 \text{ mm}$ ($F_{\text{bel.}} / F_{\text{entl.}} (1,5 \text{ mm})$) im Plateaubereich der Belastungs- und Entlastungskurven wurden aus den Ergebnissen extrahiert und gesondert grafisch dargestellt. Um die Kurven danach qualitativ vergleichen zu können, wurden sie anhand eines neu konzipierten Bewertungsmaßstabs (Score) analysiert. Im Rahmen des Winkelversuchs stellte sich heraus, dass häufig nur ein kleiner Arbeitsbereich existierte, in dem einerseits eine vollständige Formannahme erzielt wurde und andererseits die superelastischen Eigenschaften erhalten blieben. Insgesamt sollte für eine adäquate Formgebung eher eine Kombination aus längeren Glühdauer (fünf und zehn Minuten) und kleineren Glüh Temperaturen (je nach Hersteller zwischen 400°C - 600°C) gewählt werden. Die besten Ergebnisse der Formgebung, ohne den Verlust der superelastischen Eigenschaften,

zeigten der Superelastic (Forestadent) und der Nitinol Classic (3M Unitek). Anhand der Bewertungsmatrix des Biegeversuchs wurde gezeigt, dass die einminütige Wärmebehandlung nur geringe Auswirkungen auf die Materialeigenschaften hatte. Zudem zeigten Temperaturen bis ca. 350°C keinen/geringen Einfluss auf die Materialeigenschaften. Hinsichtlich der reinen „Score“ Betrachtung zeigten die Drähte von GAC und der Titanol Low Force (Forestadent) die besten Ergebnisse.

Hinsichtlich der Formprogrammierbarkeit und der materialspezifischen Eigenschaften stellten sich der Low Force (Forestadent), rematitan „LITE“ (Dentaurum) und der FLI CuNiTi³⁵(RMO) als ‘ideale Drähte‘ dar.

Die Studie hat gezeigt, dass eine Formprogrammierung häufig nur in einem schmalen Temperaturfenster möglich war und es zudem zu deutlichen Veränderung der Materialeigenschaften kam. Um eine sichere Formprogrammierung zu gewährleisten, müssten am Memory-Maker, anhand von experimentellen Studien, drahtspezifische Einstellungen vorgenommen werden können. Denkbar wäre eine Software, welche die eingespeicherten Materialkenndaten bei der Programmierung miteinbezieht. Eine Temperaturkontrolle könnte zudem über ein integriertes Infrarot-Thermometer verwirklicht werden.

7. Literaturverzeichnis

- Alzahawi K, Faerovig E, Brudvik P, Boe OE, Mavragani M (2014). Root resorption after leveling with super-elastic and conventional steel arch wires: a prospective study. *Prog Orthod*; 15:35.
- Andreasen GF, Hilleman TB (1971). An evaluation of 55 cobalt substituted Nitinol wire for use in orthodontics. *J Am Dent Assoc*; 82(6):1373-5.
- Bachmann J (1987). Neue therapeutische Möglichkeiten in der Kieferorthopädie bei Patienten mit Nickelallergie. *Fortschr Kieferorthop*; 48(6):492-503.
- Bartzela TN, Senn C, Wichelhaus A (2007). Load-deflection characteristics of superelastic Nickel-Titanium wires. *Angle Orthod*; 77(6):991-998.
- Bellini H, Moyano J, Gil J, Puigdollers A (2016). Comparison of the superelasticity of different nickel-titanium orthodontic archwires and the loss of their properties by heat treatment. *J Mater Sci Mater Med*; 27(10):158.
- Brauchli LM, Keller H, Senn C, Wichelhaus A (2011a). Influence of bending mode on the mechanical properties of nickel-titanium archwires and correlation to differential scanning calorimetry measurements. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*; 139(5):e449-54.
- Brauchli LM, Senn C, Ball J, Wichelhaus A (2011b). Force levels of 23 nickel-titanium open-coil springs in compression testing. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*; 139(5):601-605.
- Briceno J, Romeu A, Espinar E, Llamas JM, Gil FJ (2013). Influence of the microstructure on electrochemical corrosion and nickel release in NiTi orthodontic archwires. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*; 33(8):4989-93.
- Chi CW, Li CC, Lin CP, Shin CS (2017). Cyclic fatigue behavior of nickel-titanium dental rotary files in clinical simulated root canals. *J Formos Med Assoc*; 116(4):306-312.
- Dabner D, Calvert S, Casey A (2010). *Grafik-Design-Kurs: In acht Lektionen zum Erfolg*. Grünwald: Stiebner.
- Dagna A, Poggio C, Beltrami R, Colombo M, Chiesa M, Bianchi S (2014). Cyclic fatigue resistance of OneShape, Reciproc, and WaveOne: An in vitro comparative study. *Journal of Conservative Dentistry*; 17(3):250-254.
- Decker S, Krämer M, Marten AK, Pfeifer R, Wesling V, Neunaber C, Hurschler C, Krettek C, Müller CW (2015). A nickel-titanium shape memory alloy plate for contactless inverse dynamization after internal fixation in a sheep tibia fracture model: A pilot study. *Technol Health Care*; 23(4):463-74.
- Deutsches Institut für Normung (DIN) (2013). *Zahnheilkunde –Drähte für die Kieferorthopädie (ISO/DIS 15841:2013)*. Deutsches Institut für Normung e. V., DIN. Berlin, Beuth Verlag GmbH:1-16.
- Diedrich P, Booy C, Haunfelder D (2002). *Kieferorthopädie III. [Praxis der Zahnheilkunde; 12] 4. Aufl.* München [u.a.]: Urban & Fischer.
- Drescher D, Bourauel C, Thier M (1992). Eine pseudoelastische NiTi-Aufrichtefeder für Molaren-Entwurf, biomechanische Prüfung und klinische Anwendung. *Fortschr Kieferorthop*; 53(5):286-296.
- Duerig T, Pelton A, Stöckel D (1999). An overview of nitinol medical applications. *Materials Science and Engineering: A*; 273:149-160.
- Europäisches Parlament und Rat (1994). Richtlinie 94/27/EG des Europäischen Parlaments und des Rates. ; Off. J. Eur. Communities L 188:1-2.
- Fernandes DJ, Peres RV, Mendes AM, Elias CN (2011). Understanding the shape-memory alloys used in orthodontics. *ISRN Dent*; 2011:1-11.

- Fischer-Brandies H, Es-Souni M, Kock N, Raetzke K, Bock O (2003). Transformation behavior, chemical composition, surface topography and bending properties of five selected 0.016" x 0.022" NiTi archwires. *J Orofac Orthop*; 64(2):88-99.
- Forestadent (2003). Bedienungsanleitung für den FORESTADENT® MEMORY MAKER nach Prof. Dr. Sander. Pforzheim, FORESTADENT Bernhard Förster GmbH:1-7.
- Frenzel J, George EP, Dlouhy A, Somsen C, Wagner MFX, Eggeler G (2010). Influence of Ni on martensitic phase transformations in NiTi shape memory alloys. *Acta Materialia*; 58(9):3444-3458.
- Gall K, Tyber J, Brice V, Frick CP, Maier HJ, Morgan N (2005). Tensile deformation of NiTi wires. *J Biomed Mater Res A*; 75(4):810-23.
- Gläser S (2007). Untersuchung des Zusammenhangs spannungsinduzierter Martensitbildung bei superelastischen Formgedächtnislegierungen und der physikalischen Kenngrößen. [Dissertation] Ilmenau: Fakultät für Maschinenbau, Technischen Universität Ilmenau.
- Gümpel P, Gläser S (2004). Formgedächtnislegierungen und ihr metallischer Hintergrund. In: Mettner M, Wippler E, J BW (Hrsg.). *Kontakt & Studium. [Formgedächtnislegierungen: Einsatzmöglichkeiten in Maschinenbau, Medizintechnik und Aktuatorik; mit 9 Tabellen]* 655. Renningen: Expert Verlag; S. 4-21.
- Ha J-H, Jeon H-J, Abed RE, Chang S-W, Kim S-K, Kim H-C (2015). Effect of repetitive pecking at working length for glide path preparation using G-file. *Restor Dent Endod*; 40(2):123-127.
- Hoh DJ, Hoh BL, Amar AP, Wang MY (2009). Shape memory alloys: metallurgy, biocompatibility, and biomechanics for neurosurgical applications. *Neurosurgery*; 64(5 Suppl 2):199-215.
- Hönscheid R (2009). Pseudoelastisches Materialverhalten in der reinen Biegung. [Dissertation] Bonn: Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität zu Bonn.
- Keyence (2016). Bedienungsanleitung Hoch präzises, digitales Hochgeschwindigkeits-Mikrometer Modellreihe LS-7000. Osaka, KEYENCE CORPORATION:1-190.
- Knickenberg AC (2010). Metallionen-Konzentrationen im Speichel kieferorthopädisch behandelter Patienten. [Inaugural-Dissertation] Bonn: Medizinische Fakultät, Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn.
- Laster Z, Muska EA, Nagler R (2008). Pediatric mandibular fractures: introduction of a novel therapeutic modality. *J Trauma*; 64(1):225-229.
- Liu J-K, Lee T-M, Liu IH (2011). Effect of loading force on the dissolution behavior and surface properties of nickel-titanium orthodontic archwires in artificial saliva. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*; 140(2):166-176.
- Lopes HP, Vieira MV, Elias CN, Goncalves LS, Siqueira JF, Jr., Moreira EJ, Vieira VT, Souza LC (2013). Influence of the geometry of curved artificial canals on the fracture of rotary nickel-titanium instruments subjected to cyclic fatigue tests. *J Endod*; 39(5):704-707.
- Ludwig B, Glasl B, Lietz T (2009). Kleine und große Helfer. In: Ludwig B (Hrsg.). *Selbstligierende Brackets: Konzepte und Behandlung. [ZMK Praxis]* Stuttgart [u.a.]: Georg Thieme Verlag; S. 173-214.
- Mehrabi K, Bruncko M, Kneissl AC (2009). Effect of thermomechanical training on the transformation temperatures and properties of NiTi melt-spun ribbons. *European Symposium on Martensitic Transformations*, EDP Sciences.
- Mertmann M (2004). Herstellungs- und Verarbeitungseigenschaften von NiTi-Formgedächtnislegierungen. In: Mettner M, Wippler E, J BW (Hrsg.). *Kontakt & Studium. [Formgedächtnislegierungen: Einsatzmöglichkeiten in Maschinenbau, Medizintechnik und Aktuatorik; mit 9 Tabellen]* Renningen: expert verlag; S. 34-54.

- Miura F, Mogi M, Ohura Y, Hamanaka H (1986). The super-elastic property of the Japanese NiTi alloy wire for use in orthodontics. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*; 90(1):1-10.
- Miyazaki S, Otsuka K, Wayman CM (1989). The shape memory mechanism associated with the martensitic transformation in Ti-Ni alloys—I. Self-accommodation. *Acta Metallurgica*; 37(7):1873-1884.
- Müller CW, Pfeifer R, Meier K, Decker S, Reifenrath J, Gösling T, Wesling V, Krettek C, Hurschler C, Kramer M (2015). A Novel Shape Memory Plate Osteosynthesis for Noninvasive Modulation of Fixation Stiffness in a Rabbit Tibia Osteotomy Model. *Biomed Res Int*; 2015:652940.
- Otsuka K, Shimizu K (1986). Pseudoelasticity and shape memory effects in alloys. *International Metals Reviews*; 31(1):93-114.
- Otsuka K, Ren X (2005). Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. *Progress in Materials Science*; 50(5):511-678.
- Paul C (2012). Funktionalisierung von duroplastischen Faserverbundwerkstoffen durch Hybridgarne: Adaptive Strukturen durch die Integration von Formgedächtnislegierungen. Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag.
- Pelton AR, Dicello J, Miyazaki S (2000). Optimisation of processing and properties of medical grade Nitinol wire. *Minimally Invasive Therapy & Allied Technologies*; 9(2):107-118.
- Pelton AR, Russell SM, DiCello J (2003). The physical metallurgy of nitinol for medical applications. *Journal of Metals*; 55(5):33.
- Petrini L, Migliavacca F, Massarotti P, Schievano S, Dubini G, Auricchio F (2005). Computational studies of shape memory alloy behavior in biomedical applications. *J Biomech Eng*; 127(4):716-25.
- Petzold V (2006). Formgedächtnistechnik - Tiefbohren und Mikrofräsen von NiTi. [Schriftenreihe des ISF; 37] Essen: Vulkan Verlag.
- Phan K, Rao PJ, Ball JR, Mobbs RJ (2016). Interspinous process spacers versus traditional decompression for lumbar spinal stenosis: systematic review and meta-analysis. *J Spine Surg*; 2(1):31-40.
- Piao J, Miyara K, Ebihara A, Nomura N, Hanawa T, Suda H (2014). Correlation between cyclic fatigue and the bending properties of nickel titanium endodontic instruments. *Dent Mater J*; 33(4):539-44.
- Reichl F-X, Mohr K, Hein L, Hickel R (2007). Taschenatlas der Pharmakologie und Toxikologie für Zahnmediziner. Stuttgart [u.a.]: Georg Thieme Verlag.
- Richard HA, Sander M (2008). Technische Mechanik. Festigkeitslehre: Lehrbuch mit Praxisbeispielen, Klausuraufgaben und Lösungen. Wiesbaden: Vieweg + Teubner.
- Roberts WW, Chacker FM, Burstone CJ (1982). A segmental approach to mandibular molar uprighting. *Am J Orthod*; 81(3):177-184.
- Rolfs K (2011). Influence of the alloying element cobalt on the key properties of ferromagnetic shape memory Ni-Mn-Ga single crystals [Dissertation] München: Fakultät für Physik, Technische Universität München.
- Sakima MT, Dalstra M, Melsen B (2006). How does temperature influence the properties of rectangular nickel–titanium wires? *Eur J Orthod*; 28(3):282-291.
- Sander C (2011). Biomechanik. In: Sander FG, Schwenzer N, Ehrenfeld M (Hrsg.). Kieferorthopädie. [Zahn-Mund-Kiefer-Heilkunde] 2. Aufl. Stuttgart [u.a.]: Georg Thieme Verlag; S. 320-327.
- Sander FG, Sander FM, Sander C (2011). Mulibandapparat. In: Sander FG, Schwenzer N, Ehrenfeld M (Hrsg.). Kieferorthopädie. [Zahn-Mund-Kiefer-Heilkunde] 2. Aufl. Stuttgart [u.a.]: Georg Thieme Verlag; S. 269-297.

- Schneider CA, Rasband WS, Eliceiri KW (2012). NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. *Nat Methods*; 9(7):671-5.
- Senkutvan R, Jacob S, Charles A, Vadgaonkar V, Jatol-Tekade S, Gangurde P (2014). Evaluation of nickel ion release from various orthodontic arch wires: An in vitro study. *J Int Soc Prev Commun Dent*; 4(1):12.
- Shabalovskaya SA, Anderegg J, Laab F, Thiel PA, Rondelli G (2003). Surface conditions of Nitinol wires, tubing, and as-cast alloys. The effect of chemical etching, aging in boiling water, and heat treatment. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*; 65(1):193-203.
- Shabalovskaya SA, Anderegg JW, Undisz A, Rettenmayr M, Rondelli GC (2012). Corrosion resistance, chemistry, and mechanical aspects of Nitinol surfaces formed in hydrogen peroxide solutions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*; 100(6):1490-9.
- Stöckel D (1988). Legierungen mit Formgedächtnis: industrielle Nutzung des Shape-memory-Effektes. Grundlagen, Werkstoffe, Anwendungen. Renningen: Expert Verlag.
- Stöckel D (2001). Umformung von NiTi-Legierungen-Einen Herausforderung. Neuere Entwicklungen in der Massivumformung Siegfert K (Hrsg.):141-157.
- Tautzenberger P (1988). Shape-Memory-Stellelemente. In: Bartz WJ, Wippler E (Hrsg.). Kontakt & Studium. [Legierungen mit Formgedächtnis, Industrielle Nutzung des Shape-Memory-Effektes, Grundlagen, Werkstoffe, Anwendungen] Renningen: Expert Verlag; S. 64-102.
- Terhorst D (2005). Basics Dermatologie. 1. Aufl. München [u.a.]: Elsevier, Urban & Fischer.
- Tietze H (1985). Phasenübergänge mit Memory-Effekt. Frankfurt am Main: Verl. für Akad. Schriften.
- Undisz A (2009). Optimierung von strukturellen und funktionellen Eigenschaften von NiTi mit Pseudoelastizität/Formgedächtnis für den medizinischen Einsatz. [Dissertation] Jena: Physikalisch-Astronomische Fakultät Friedrich-Schiller-Universität Jena.
- Weber T (2010). Memorix Zahnmedizin. Stuttgart [u.a.]: Georg Thieme Verlag.
- Wichelhaus A, Sander FG (1995a). Entwicklung und Testung einer neuen NiTi-SE-Stahl-Aufrichtefeder. *Fortschr Kieferorthop*; 56(6):283-295.
- Wichelhaus A, Sander FG (1995b). [Biomechanical testing of the new torque-segmented arch (TSA)]. *Fortschr Kieferorthop*; 56(4):224-35.
- Wichelhaus A, Geserick M, Hibst R, Sander FG (2005). The effect of surface treatment and clinical use on friction in NiTi orthodontic wires. *Dental Materials*; 21(10):938-945.
- Wichelhaus A, Brauchli L, Ball J, Mertmann M (2010). Mechanical behavior and clinical application of nickel-titanium closed-coil springs under different stress levels and mechanical loading cycles. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*; 137(5):671-8.
- Wichelhaus A, Eichenberg T (2013). Therapie Band 1:Grundlegende Behandlungskonzepte. Kieferorthopädie. [Farbatlanten der Zahnmedizin; 1] 1. Stuttgart [u.a.]: Thieme; S. 107-111.

8. Danksagung

Am Ende dieser Arbeit bedanke ich mich herzlich bei Frau Prof. Dr. Andrea Wichelhaus für die Überlassung des Themas und die Möglichkeit, meine Dissertation in der kieferorthopädischen Abteilung der Ludwig-Maximilians-Universität München durchführen zu können. Ich möchte mich hierbei für ihre gute Betreuung und ihre hilfreichen Anregungen bedanken.

Besonders bedanken möchte ich mich zudem bei Dr. Matthias Mertmann für seine stetige Hilfe und Denkanstöße bei den Auswertungen.

Bedanken möchte ich mich auch Dr. Uwe Baumert für die nützlichen Ratschläge bei der Umsetzung der Literaturrecherche.

Mein herzlicher Dank gilt meinen Eltern, meiner Schwester und meinem Freund für die stetige Unterstützung und Motivation während der gesamten Arbeit. Hervorheben möchte ich hierbei vor allem meinen Vater, der mich bei der Bearbeitung der Bilder tatkräftig unterstützte.

9. Lebenslauf